

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

**METODY ZVIDITELNĚNÍ HRANIC PŮVODNÍCH
AUSTENITICKÝCH ZRN V OCELÍCH**

METHODS TO INCREASE THE VISIBILITY OF THE ORIGINAL AUSTENITE GRAIN BOUNDARIES IN
STEELS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Štěpán Gamanov

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Martin Juliš, Ph.D.

BRNO 2017

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství
Student: **Štěpán Gamanov**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Materiálové inženýrství
Vedoucí práce: **Ing. Martin Juliš, Ph.D.**
Akademický rok: 2016/17

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Metody zviditelnění hranic původních austenitických zrn v ocelích

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Bakalářská práce bude zaměřena na problematiku zviditelnění hranic původních austenitických zrn v ocelích metodami a postupy v souladu s platnými technickými normami.

Cíle bakalářské práce:

- 1) Sepsat literární rešerši zaměřenou na metody a možnosti zviditelnění hranic austenitických a původních austenitických zrn v ocelích dle platných technických norem.
- 2) Vybrané metody aplikovat na reálných vzorcích ocelí a zhodnotit dosažené výsledky.

Seznam literatury:

Ptáček a kol. Nauka o materiálu II. Brno: Cerm, 1999. ISBN 80-7204-130-4.

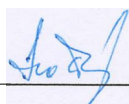
ČSN EN ISO 643 Ocel - Mikrografické stanovení velikosti zrn.

ČSN 42 0463 Stanovení velikosti austenitického zrna na lomu.

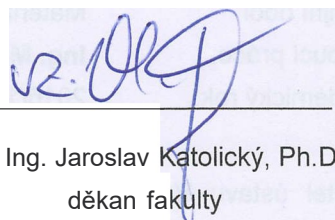
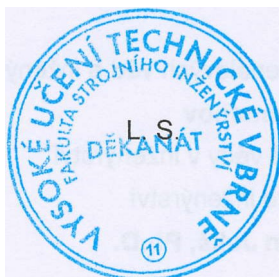
ASTM E 112-96 (Rev. 2004). Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2016/17.

V Brně, dne 1. 11. 2016



prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu



doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

Bakalářská práce se zabývá metodami zviditelnění původního austenitického zrna v ocelích. Cílem bylo popsat základní metody a prakticky je demonstrovat na vzorcích. Teoretická část se zabývá významem austenitického zrna a jeho velikosti, základními metodami zviditelnění austenitických zrn a v krátkosti i metodami počítání velikosti zrna. Praktická část obsahuje fotografie a komentáře ke vzorkům, které byly připraveny vybranými metodami popsanými v teoretické části. V závěru práce je uvedeno srovnání našich výsledků s externími zdroji, případně rozšiřující komentáře k použitelnosti jednotlivých metod.

Klíčová slova

austenit, zrno, zvýraznění, zviditelnění, metoda

Abstract

This thesis deals with methods of revealing prior austenite grains in steels. The objective was to describe and demonstrate these basic methods on samples. The theoretical part deals with the importance of austenite grain and its size, with description of base methods of revealing austenite grains, and with methods of determination of grain size. The practical part consists of pictures and commentary of samples which were made with some of the base methods described in the theoretical part. Conclusion consists of comparison of our and external results and also expanding commentary on individual methods.

Keywords

austenite, grain, highlighting, revealing, method

Bibliografická citace

GAMANOV, Š. *Metody zviditelnění hranic původních austenitických zrn v ocelích*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2017. 58 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Martin Juliš, Ph.D.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci na téma „Metody zviditelnění hranic
původních austenitických zrn v ocelích“ vypracoval samostatně s použitím odborné literatury
a pramenů uvedených v seznamu, který tvoří přílohu této práce.

..... května 2017

.....

Štěpán Gamanov

Poděkování

Poděkování patří především Ing. Martinu Julišovi, Ph.D., za vedení bakalářské práce a jeho ochotu věnovat mi veškerý potřebný čas. Dále děkuji své matce, která mě celý život podporuje a vždy stojí při mně. Bez její podpory, bych nebyl tam, kde jsem. Stejně poděkování patří i celému zbytku mé rodiny.

Úvod.....	10
1 Původní austenitické zrno	11
1.1 Vliv velikosti zrna	11
1.1.2 Hallův-Petchův vztah.....	12
1.2 Hrubnutí austenitu	13
1.2.1 Vliv chemického složení.....	13
1.2.2 Vliv tepelného a termomechanického zpracování	14
2 Zviditelnění hranic austenitických zrn	16
2.1 Obecně	16
2.2 Metoda leptání podle "Becheta-Beaujarda".....	19
2.2.1 Oblast využití	19
2.2.2 Příprava	19
2.2.3 Leštění a leptání	19
2.2.4 Výsledek	20
2.3 Metoda řízené oxidace podle "Kohna"	21
2.3.1 Oblast využití	21
2.3.2 Příprava	21
2.3.3 Výsledek	21
2.4 Metoda nauhličení podle "McQuaida-Ehna"	22
2.4.1 Oblast využití	22
2.4.2 Základní požadavky na vzorek	22
2.4.3 Způsob nauhličení vzorku.....	22
2.4.3 Příprava nauhličeného vzorku.....	22
2.4.4 Výsledek	23
2.5 Metoda proeutektoidního feritu	24
2.5.1 Oblast využití	24
2.5.2 Příprava	24
2.5.3 Leštění a leptání	24
2.5.4 Výsledek	24
2.6 Metoda bainitická/metoda stupňovitého kalení	25
2.6.1 Princip.....	25
2.6.2 Příprava	25
2.7 Zcitlivění austenitických korozivzdorných a manganových ocelí	25
2.8 Jiné metody zviditelnění hranic PAZ	25

2.9 Metoda stanovení velikosti austenitického zrna na lomu	26
2.9.1 Využití.....	26
2.9.2 Princip	26
2.9.3 Požadavky na vzorek	26
2.9.4 Průběh zkoušení	26
3 Metody určení velikosti zrna.....	27
3.1 Velikost zrna.....	27
3.1.1 Číslo velikosti zrna	27
3.1.2 Metody určení velikosti zrna	27
3.2 Metoda srovnávací.....	28
3.3 Metoda planimetrická (počítání zrn)	28
3.4 Metoda lineární (průsečková).....	30
3.5 Speciální metody - Metoda podle Ministra a metoda podle Snyder-Graffa.....	31
3.5.1 Metoda podle Ministra	31
3.5.2 Metoda podle Snyder-Graffa	31
4 Praktická část.....	32
Experimentální technika.....	32
Příprava metalografických preparátů.....	32
Světelná mikroskopie	32
4.1 Ocel 1.4871 (austenitická ocel)	33
4.2 Ocel 100CrMnSi6-4 (metoda podle Becheta-Beaujarda).....	35
4.3 Ocel 12050 (metoda proeutektoidního feritu)	37
4.4 Ocel 12060 (prosté leptání)	43
4.5 Ocel 14209 (metoda bainitická nebo metoda stupňovitého kalení)	45
4.6 Ocel 1.4748.....	50
4.7 Chromová ocel na valivá ložiska 1.3505 (ekv. ČSN 14 109).....	52
5 Závěr.....	54
Seznam použitých zdrojů	55
Termíny a definice	57
Leptací činidla	57
Použité zkratky.....	58

Úvod

V metalografické praxi existuje celá řada důvodů, proč je třeba zviditelňovat hranice původních austenitických zrn. Tímto důvodem může být například snaha o optimalizaci tepelného či termomechanického zpracování, případně vyhodnocení jakosti materiálu podle norem, které u specifických výrobků (např. valivá ložiska) vyžadují mimo jiné i stanovení velikosti původního austenitického zrna. Tento úkol je však v některých případech velmi složitý, často se zdá, že až neproveditelný.

U feritických a austenitických ocelí se jedná především o použití vhodného leptacího činidla, které naleptá hranice zrn. U ocelí, které mají po tepelném zpracování strukturu martenzitu, bainitu, případně složitější smíšené struktury, se však nemůžeme vždy spolehnout na prosté leptání. U takovýchto ocelí je nutné pokusit se zvýraznit austenitická zrna v době, kdy tam skutečně jsou, tedy v průběhu tepelného zpracování, nebo za využití faktu, že na hranicích austenitických zrn často precipitují různé prvky obsažené v dané oceli (například fosfor). V takovém případě se hranice těchto zrn zvýrazní použitím leptacího činidla, které reaguje právě s těmito prvky.

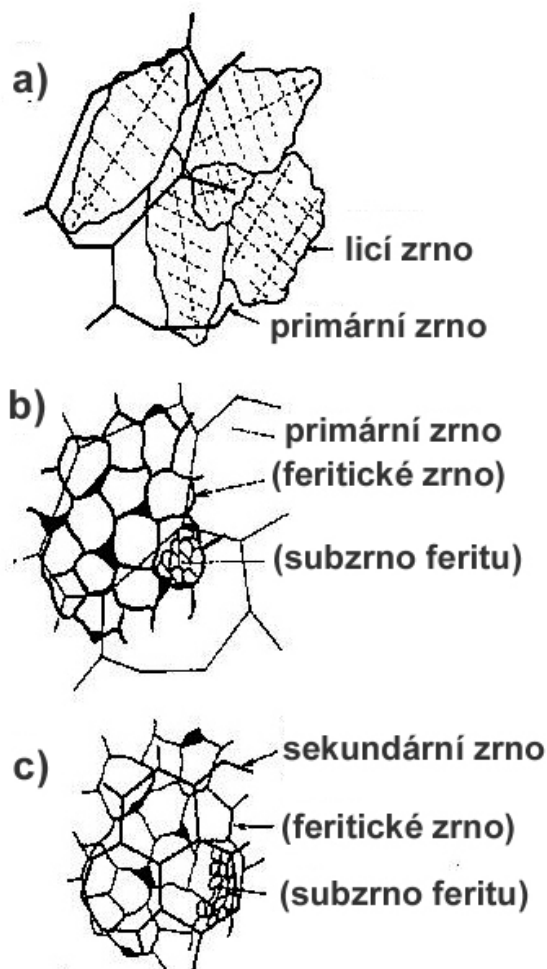
Po vhodném tepelném zpracování, mohou být hranice austenitických zrn zvýrazněny síťovým proeutektoidních fází, síťovým bainitu nebo perlitu. Takováto tepelná zpracování ale musí být volena na základě konkrétních materiálových listů. Během nevhodného tepelného zpracování mohou totiž austenitická zrna zhrubnout. Aby výsledky měření velikosti těchto zrn bylo použitelné, nesmíme zhrubnutí dopustit. Austenitizační teploty a časy musí odpovídat parametrům tepelného zpracování na výrobek. Speciální tepelné zpracování se tedy může lišit od předepsaného pouze ve způsobech a rychlostech ochlazování, případně průběhem následného popouštění, během kterého už většinou austenitické zrno zhrubnout nemůže.

Cílem této práce bylo popsat metody, pomocí kterých se zvýrazňují hranice původních austenitických zrn v ocelích a následná demonstrace těchto metod. Zaměřili jsme se především na metody, které využívají právě zvláštního tepelného zpracování, jehož cílem je vytvořit síťový proeutektoidních fází na hranicích austenitických zrn.

Pro experimenty byly v bakalářské práci použity oceli ČSN 12050 a 14209, u kterých jsme se snažili optimalizovat podmínky tepelného zpracování, které mělo odhalit hranice původních austenitických zrn.

1 Původní austenitické zrno

V různých fázích výroby oceli rozlišujeme větší množství austenitických zrn. **Licí austenitické zrno** je takové zrno austenitu, které vzniklo krystalizací z taveniny (také překrystalizací δ feritu nebo peritektickou přeměnou v závislosti na obsahu uhlíku v oceli). Při poklesu teplot dochází ke granulaci dendritů a vytváří se **primární austenitická zrna** (u ocelí s obsahem uhlíku pod 0,51% nejsou shodná s licími zrny). **Sekundární austenitické zrno** je zrno austenitu, které vzniklo překrystalizací feriticko-karbidické struktury (a to i při opakované překrystalizaci). Pojmem **původní austenitické zrno**, se označuje zrno austenitu vzniklé při poslední překrystalizaci. [1]



Obr. 1.1 Schematické znázornění různých druhů austenitických zrn a sub zrn v nízkouhlíkové oceli, převzato z [1]

1.1 Vliv velikosti zrna

Je obecně známo, že velikost a tvar zrn (nejen u ocelí) významně ovlivňuje vlastnosti materiálu. Menší zrno je z pohledu mechanických vlastností (tvrdost, pevnost, **mez kluzu**, **nárazová práce**,...) vždy výhodnější. Tento fakt, potvrzuje mimo jiné Hallův-Petchův vztah.

Poznámka: Jako příklad, kdy nám naopak více vyhovuje zrna hrubší, můžeme uvést oceli pro tváření za studena či žárovevné materiály (především niklové slitiny), kde větší, vhodně tvarovaná zrna (s menší plochou hranic zrn v ploše kolmé k působící síle) zpomalují creep.

1.1.2 Hallův-Petchův vztah

Experimenty ukazují, že deformační zpevnění závisí na velikosti zrna. Čím je průměrná velikost zrna menší, tím větší deformační napětí můžeme očekávat. Empiricky se Hallův-Petchův vztah vyjadřuje následující rovnicí, která se používá zejména pro napětí na mezi kluzu.:

$$\sigma = \sigma_0 + k_y * d^{-\frac{1}{2}} \quad 1.1$$

Dislokace a hranice zrn

Při plastické deformaci polykrystalických tvárných materiálů působí při nízkých a středních teplotách hranice zrn jako překážky pohybu dislokací. Dislokace se hromadí na hranicích a vyvolávají napětí v sousedním zrně. Při dosažení dostatečného napětí naváže dislokace na skluzový pás sousedního zrna. Druhou možností relaxace toho napětí je vznik trhliny podél hranice zrna, který můžeme očekávat u materiálů se sníženou pevností hranic zrn, nebo se sníženým počtem skluzových systémů. [2]

Oblast využití Hallova-Petchova vztahu

Použití Hallova-Petchova vztahu je vhodné pro jednofázové homogenní struktury s polyedrickými zrny a to pro výpočet dolní meze kluzu. S přijatelnou přesností také pro určení technické meze kluzu (R_e) a smluvní meze kluzu (R_p).

Pro vícefázové struktury je možno tento vztah použít, když se uplatní pro rozměr jednotlivých fází a využije se aditivní zákon.

Pro deskovité a jehlicovité útvary, jako jsou například martenzit a bainit, upravil Langfort a Cohen rovnici 1.1 do tvaru:

$$\sigma = \sigma_0 + k_y * d^{-n} \quad 1.2$$

kde d je střední rozměr charakterizující útvary, v nichž dochází k hromadění dislokací. Pro martenzitickou strukturu je možno za d dosadit průměr buněk "dislokačního" martenzitu nebo šířku dvojčat v martenzitu s dvojčatovou strukturou. Exponent $n \approx 1$. [3]

Jelikož hranice martenzitických a bainitických útvarů nebývají často přímo patrné, může být hodnocení jejich tvaru nepřesné vlivem subjektivity pozorovatele. Proto je někdy nutné použít vhodnou **metodu pro zvýraznění původních austenitických zrn (PAZ)**. Při správné volbě a provedení metody, jsou hranice PAZ přímo patrné a vyhodnocení vzorku je snadnější a přesnější. Například norma ČSN EN ISO 683-17 přímo vyžaduje hodnocení tvaru a velikosti PAZ pomocí těchto metod.

1.2 Hrubnutí austenitu

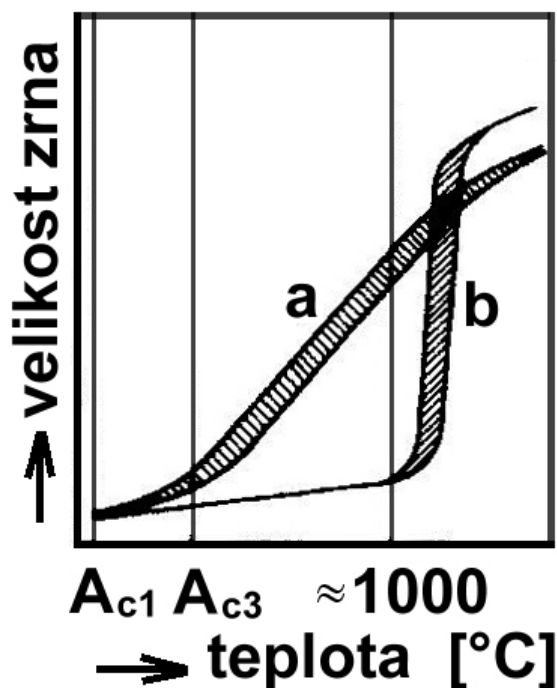
Během tepelného zpracování s překrystalizací se u ocelí vždy jedná o austenitizaci. Je snaha získat homogenní a jemnozrný austenit. Aby byl austenit homogenní, je nutné austenitizaci provádět při dostatečně vysoké teplotě, po dostatečně dlouhou dobu. Pokud jsou ale teplota anebo čas příliš vysoké, dochází k hrubnutí zrn austenitu, případně austenitická zrna mohou srůstat. Tomuto jevu se dá předcházet, nebo jej alespoň brzdit. [1]

1.2.1 Vliv chemického složení

Rozlišujeme oceli dědičně hrubozrné a jemnozrné. U oceli hrubozrné roste zrno austenitu po překročení teploty A_1 rovnoměrně. Oceli dezoxidované feromanganem nebo ferosiliciem jsou dědičně hrubozrné. [1]

Oceli dezoxidované hliníkem, bývají dědičně jemnozrné. Což znamená, že velikost zrna austenitu se výrazně nemění až do překročení kritické teploty (kritická teplota u uhlíkových a nízkolegovaných ocelí bývá kolem 950°C). Po té následuje prudké zhrubnutí ve velmi úzkém intervalu teplot. [1]

Růstu zrna se kromě dezoxidace dá velmi dobře zabránit přidáním karbidotvorných prvků (V, Ti, Nb, Zr), jejichž karbidy jsou stabilní za vyšších teplot než karbidy železa a působí jako zábrany srůstání zrn. Pokud ale teplota během austenitizace přesáhne teplotu, při které se i tyto karbidy rozpouští v tuhém roztoku, nemůžeme se na tento příznivý účinek spoléhat. [1, 4]

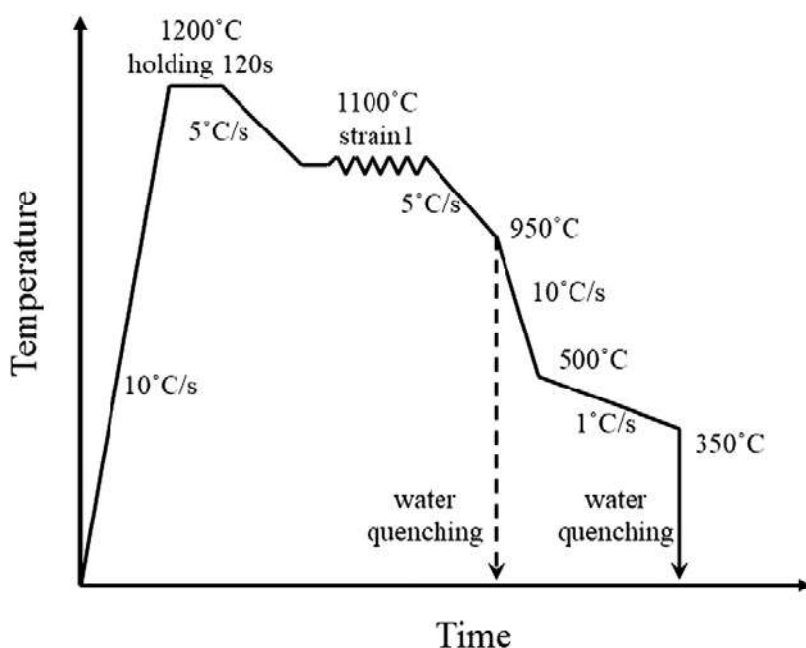


Obr 1.2 Schéma závislosti velikosti austenitických zrn na teplotě austenitizace, a - hrubozrná, b - jemnozrná, převzato z [1]

1.2.2 Vliv tepelného a termomechanického zpracování

Tabulka 1 Chemické složení vzorku (hmot. %) pro sledování vlivu PAZ na výslednou strukturu po termomechanickém zpracování (TMZP), převzato z [5].

C	Mn	Si	S	P	Nb
0,045	1,43	0,14	< 0,003	< 0,001	0,09
Cr	Ni	Cu	Ti	N	
0,21	0,12	0,21	0,01	0,0039	



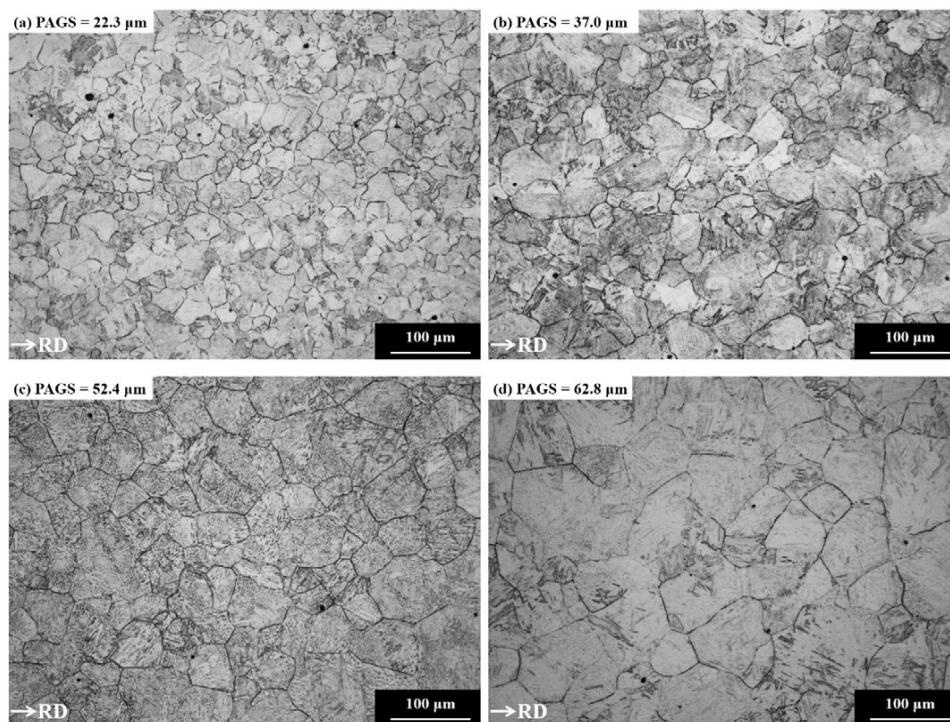
Obr. 1.1 Schéma TMZP vzorků, převzato z [5].

Na obrázku 1.1 vidíme schematický postup tepelného zpracování vzorků popsaných v tabulce 2 (teplota a čas austenitizace neodpovídají skutečným parametrům experimentu, správné parametry jsou uvedeny v tabulce 1.2).

Tabulka 1.2 Parametry různých TMZP s dosaženými hodnotami velikosti PAZ, převzato z [5].

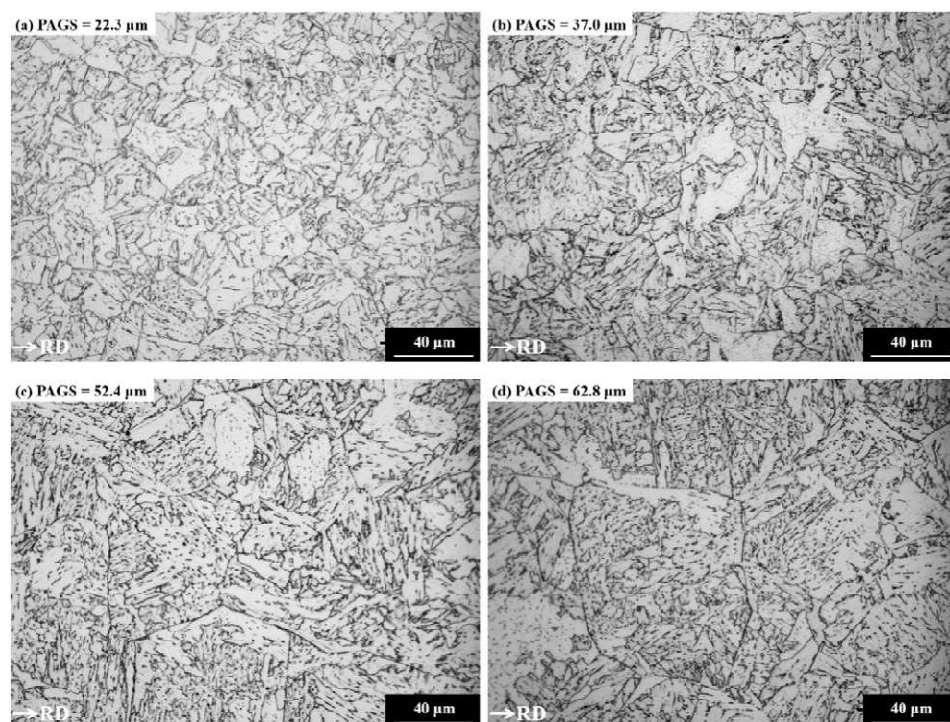
Označení vzorku	S	M	L	XL
Teplota austenitizace (°C)	1250	1250	1250	1250
Doba austenitizace (s)	1800	1800	7200	7200
Míra vnesené deformace (Strain1)	0,7	0,3	0,3	0
Velikost PAZ (μm)	22,3	37	52,4	62,8

Z tabulky 2 je patrný značný nárůst velikosti PAZ. Tento nárůst byl způsoben jednak výrazným zvýšením doby austenitizace, ale také snížením deformace vnesené do vzorků (strain1 volume).



Obr. 1.3 PAZ (a)-(d) po jednotlivých postupech TMZP S-XL, převzato z [5].

Na obrázku 1.3 můžeme pozorovat zvýrazněná PAZ. Leptáno nasyceným vodným roztokem kyseliny pikrové (Bechet-Beaujardovo činidlo). [5]



Obr. 1.4 Bainiticko feritické struktury (a)-(d) po jednotlivých TMZP S-XL, převzato z [5].

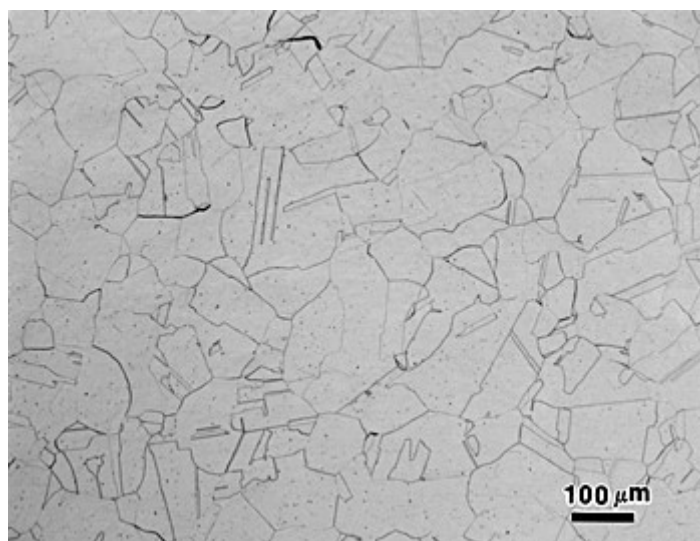
Obrázek 1.4 ukazuje dosažené bainiticko feritické struktury. Leptáno nitalem. Následné EBSD analýzy ukázaly, že s menším PAZ je i menší podíl zbytkového austenitu a příznivější morfologie bainiticko feritických útvarů. [5]

2 Zviditelnění hranic austenitických zrn

2.1 Obecně

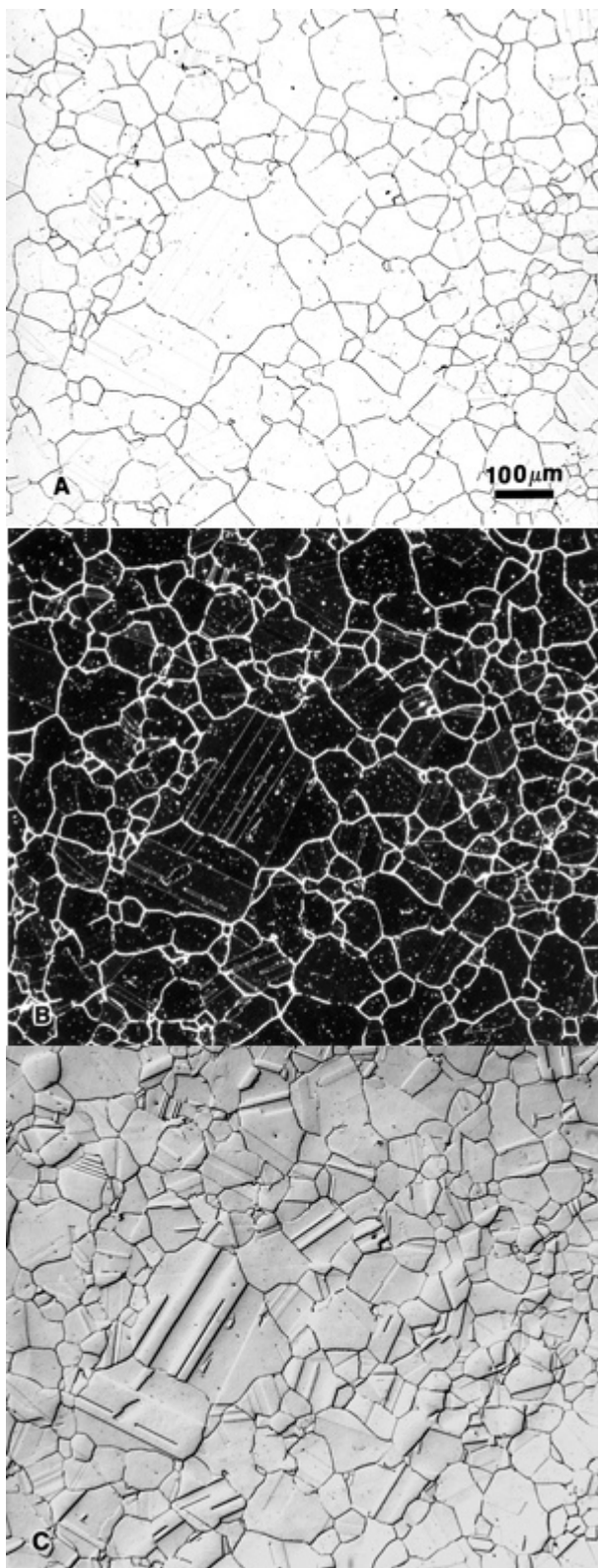
V případě ocelí, které mají za okolní teploty jednofázovou, nebo dvoufázovou austenitickou strukturu (zrna feritu delta v austenitické matici), se požaduje zviditelnění zrn leptacím roztokem.

U jednofázových korozivzdorných austenitických ocelí jsou nejběžněji používanými chemickými leptadly směs glycerinu s lučavkou královskou (v anglické terminologii "glyceregia", roztok tvořený 45 ml glycerinu, 15 ml kyseliny dusičné a 30 ml kyseliny chlorovodíkové). Dále se používá například Kallingovo činidlo a Marblovo činidlo. [6]



Obr 2.1 Příklad požití Kallingova činidla na chrom-niklové austenitické oceli AISI 316 (%Cr 18, %Ni 14 [21]). Převzato z [7].

Dvojčata na obr 2.1 jsou stejně výrazná jako hranice zrn, takže například automatické vyhodnocování velikosti zrna za pomoci obrazové analýzy by bylo problematické.



Obr 2.2 Leptáno směsí glycerinu a lučavky královské (glyceregia). Nejedná se o ocel, ale takzvaný waspalloy (niklová super slitina s %Cr 18-21; %Co 12-15; %Mo 3,5-5 a malá množství dalších prvků jako například Al, Ti, Fe,... [15]). A) zobrazení ve světlém poli, B) zobrazení v tmavém poli, C) diferenciální interferenční kontrast (Nomarski). Převzato z [8].

Ačkoliv se v tomto případě nejedná o ocel, může nám tento příklad napovědět, jak se dá ovlivnit vzhled struktury různými metodami zobrazení. Často se dobrých výsledků v metalografii dosáhne právě kombinací vhodné metody leptání a vhodné metody zobrazení. Tyto vzorky byly navíc leptány směsí glycerinu a lučavky královské, což je činidlo, které se může používat i u některých koroziivzdorných ocelí.

U jednofázových, nebo dvoufázových korozivzdorných ocelí se jako nejlepší osvědčuje elektrolytické leptání stejnosměrným proudem při 1,4 V ve vodném roztoku 60 % kyseliny dusičné po dobu 60 až 120 s, které zviditelní hranice zrn, ale nikoliv hranice dvojčat. Běžně se k leptání stejnosměrným proudem při 6 V po dobu do 60 s používá vodný roztok 10 % kyseliny šťavelové, který je méně účinný než elektrolytické leptání v 60 % HNO_3 . [6]

U jiných ocelí (struktura feritická, martenzitická, bainitická) se použije, v závislosti na dostupných informacích, některá z níže uvedených metod.

- Metoda leptání podle "Becheta-Beaujarda"
- Metoda řízené oxidace podle "Kohna"
- Metoda nauhličení při 925 °C podle "McQuaida-Ehna"
- Metoda proeutektoidního feritu
- Metoda bainitická nebo metoda stupňovitého kalení
- Zcitlivění austenitických korozivzdorných a manganových ocelí
- Jiné metody zviditelnění PAZ
- Metoda stanovení velikosti austenitického zrna na lomu

2.2 Metoda leptání podle "Becheta-Beaujarda"

2.2.1 Oblast využití

Tato metoda zviditelní austenitická zrna, která vzniknou v průběhu tepelného zpracování vzorku. Používá se u vzorků s martenzitickou nebo bainitickou strukturou. Aby toto leptání bylo účinné, musí být obsah fosforu nejméně 0.005%. [6]

2.2.2 Příprava

Bechet-Beaujardovo leptací činidlo se obvykle používá u vzorku oceli po tepelném zpracování. Jestliže vzorek vykazuje martenzitickou nebo bainitickou strukturu, pak zpravidla nevyžaduje žádné dodatečné tepelné zpracování. V ostatních případech je tepelné zpracování nutné.

Pokud podmínky tepelného zpracování zkušební tělesa nejsou v mezinárodní normě na výrobek uvedeny a neexistuje ani žádná jiná specifikace, pak u konstrukčních uhlíkových a nízkolegovaných ocelí je nutno provést tepelné zpracování podle následujících podmínek:

- 1,5 h při $(850 \pm 10) ^\circ\text{C}$ u ocelí, jejichž obsah uhlíku převyšuje 0,35 %.
- 1,5 h při $(880 \pm 10) ^\circ\text{C}$ u ocelí, jejichž obsah uhlíku dosahuje nejvýše 0,35 %.
- Po tomto tepelném zpracování se požaduje zakalení zkušební tělesa ve vodě nebo v oleji.[6]

2.2.3 Leštění a leptání

K mikroskopickému zkoumání je nutno povrchovou plochu vzorku vyleštit. Leptá se po dostatečně dlouhou dobu Bechet-Beaujardovým činidlem.

Doba leptání se může měnit od několika minut do časů přesahující jednu hodinu. Ohřev roztoku na $60 ^\circ\text{C}$ může zlepšit účinnost leptadla a snížit čas leptání.

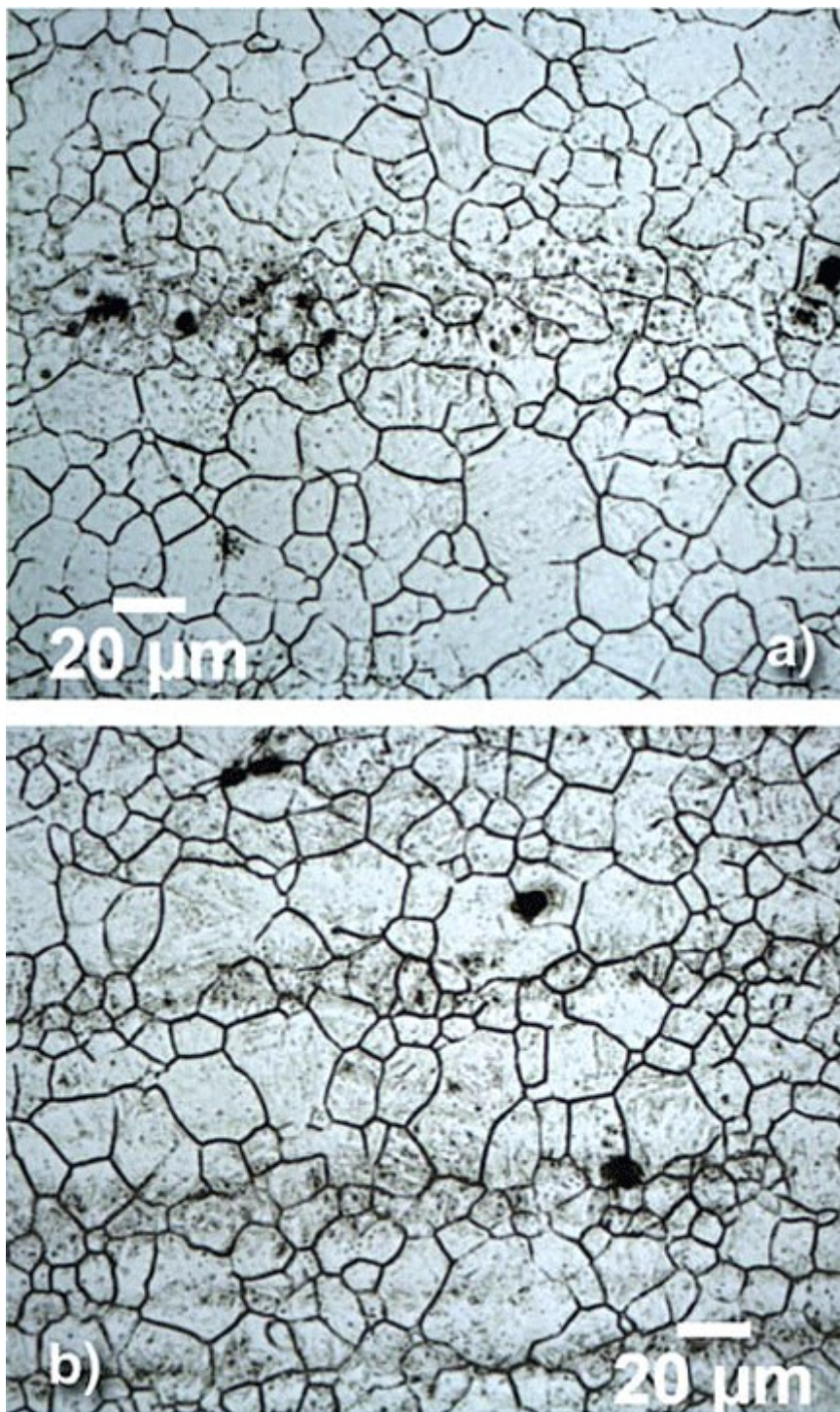
K zajištění dostatečného kontrastu mezi hranicemi zrn a běžnou fází vzorku jsou někdy nutné několikanásobné postupné operace leptání a leštění. V případě prokalitelných ocelí se může před výběrem vzorku zařadit operace popouštění.

Při ohřevu roztoků obsahujících kyselinu pikrovou se musí dbát na to, aby nedocházelo k odpařování roztoku, jelikož páry kyseliny pikrové jsou výbušné.[6]

Poznámka: Vzhledem k současnému používání moderním způsobů výroby oceli (sekundární metalurgie), bývá obsah fosforu velmi nízký a také je v materiálu relativně rovnoměrně rozprostřen, což tuto metodu značně omezuje. U ocelí s obsahem uhlíku pod 0,3% a fosforu pod 0,010%, se pro uspokojivé výsledky přidává kyselina chlorovodíková (0,6%-1%). [9]

2.2.4 Výsledek

Při mikroskopickém zkoumání musí být původní hranice austenitických zrn přímo patrný.[6]
Příkladem je již použitý obrázek 1.3.



Obr. 2.3 4340 alloy steel (%C 0,38-0,43; %Cr 0,7-0,9; %Mn 0,6-0,8; %Mo 0,2-0,3; %Ni 1,65-2; %P 0,035 max; %Si 0,15-0,3; %S 0,04 max [10]), převzato z [11]

Ocel na obr. 2.3 má strukturu dolního bainitu, a je ve stavu popuštěném [a) - 150°C, b) - 260°C]. Do vodného roztoku kyseliny pikrové bylo přidáno i malé množství kyseliny chlorovodíkové. Vzorek byl po leptání znovu vyleštěn. Hranice PAZ jsou velmi dobře patrný.

2.3 Metoda řízené oxidace podle "Kohna"

2.3.1 Oblast využití

Tato metoda znázorňuje uspořádání austenitických zrn vytvořených přednostní oxidací hranic v **průběhu austenitizace** při teplotě daného tepelného zpracování. Vhodné pro uhlíkové a nízkolegované oceli. [6]

2.3.2 Příprava

Jedna plocha vzorku se musí vyleštit. Zbytek povrchu nesmí vykazovat žádné stopy oxidů. Vzorek se musí umístit do laboratorní pece, ve které se buď udržuje vakuum 1 Pa, nebo v ní cirkuluje inertní plyn (např. čistý argon, dusík). Vzorek se tepelně zpracuje, podle austenitizačního postupu specifikovaného zákazníkem, nebo podle pokynu mezinárodní normy na výrobek.

Na konci takto stanoveného cyklu tepelného zpracování se musí po dobu 10 s až 15 s zavést do pece vzduch.

Poté je nutno vzorek zakalit do vody. Vzorek se obvykle může ihned zkoumat pod mikroskopem.

Poznámka 1: Oxid, který ulpívá na dříve vyleštěném povrchu, se doporučuje odstranit lehkým přeleštěním jemným brusivem s tím, že je třeba dbát na to, aby oxidické síťoví, které se vytvořilo na hranicích zrn, zůstalo zachováno. Leštění se má dokončit běžnými metodami. Poté se doporučuje naleptat vzorek ve Vilellaově činidle. [6, 13]

Poznámka 2: Austenitické zrno může během této metody zhrubnout. Velikost PAZ vzorků pak nemusí odpovídat velikosti PAZ výrobků. [12]

2.3.3 Výsledek

Oxidické síťoví znázorňuje PAZ. [6, 13]

Pokud je příprava provedena správně, neměly by se na hranicích zrn objevit žádné oxidické globule.

Pro lepší znázornění reliéfu hranic může být v jistých případech nutné použít šikmé zobrazení nebo metody diferenciálního interferenčního kontrastu (DIC).[6]

2. 4 Metoda nauhličení podle "McQuaida-Ehna"

2.4.1 Oblast využití

Tato metoda je určena pro cementační oceli a znázorňuje hranice austenitických zrn vytvořených během nauhličování těchto ocelí. Obvykle není vhodná ke zviditelnění zrn vzniklých ve skutečnosti v průběhu jiných způsobů tepelného zpracování

Poznámka: může se rovněž použít simulační postup cementace. Vzorek se podrobí shodnému tepelnému zpracování, ovšem bez nauhličující atmosféry. Pak se tepelně zpracuje tak, jako výrobek. Ke zviditelnění hranic zrn se použije Bechet-Beaujardovo činidlo. [6]

2.4.2 Základní požadavky na vzorek

Vzorky nesmí obsahovat žádné zbytky oduhličení či povrchové oxidace. Jakékoliv předchozí zpracování, ať už za studena, za tepla, mechanické apod., může mít vliv na tvar konečného zrna. V případech, kdy je žádoucí brát v potaz tyto úvahy, musí výrobová specifikace uvádět zpracování, které se má před stanovením provést.[6]

2.4.3 Způsob nauhličení vzorku

Nauhličení se musí provádět tak, že se vzorek udržuje na teplotě $(925 \pm 10) ^\circ\text{C}$ po dobu šesti hodin. Obvykle se vzorek ponechá v cementační komoře při $(925 \pm 10) ^\circ\text{C}$ po dobu osmi hodin, včetně periody přehřevu. Ve většině případů se získá nauhličená vrstva o tloušťce přibližně 1mm. Aby bylo zaručeno, že se cementit vyloučí po hranicích zrn v nadeutektoidní oblasti nauhličené vrstvy, musí vzorek chladnout po nauhličení dostatečně pomalou rychlostí.

Požaduje se, aby se vždy používala nová nauhličovadla. [6]

Poznámka: Vzhledem k dlouhým časům austenitizace může PAZ zhrubnout (tak jako u metody podle Kohna). Výsledná velikost PAZ na vzorku pak nemusí odpovídat velikosti PAZ výrobku. [12]

2.4.3 Příprava nauhličeného vzorku

Nauhličený vzorek se rozřízne kolmo k jeho povrchu. K mikroskopickému sledování je nutno připravit jednu část, která se naleptá jedním z těchto činidel.

- "Le Chatelierovo a Igewskiego" činidlo (alkalický pikran sodný):

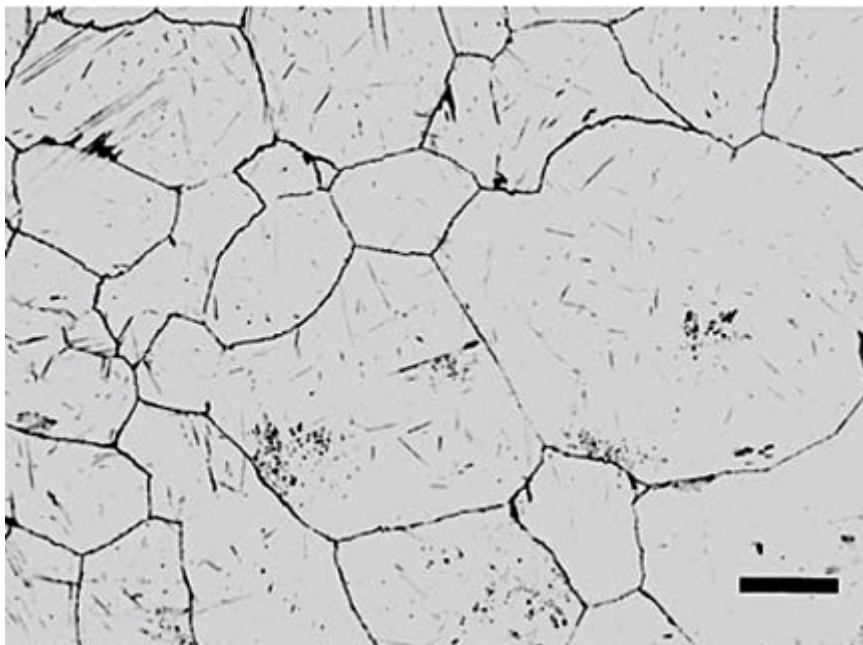
- kyselina pikrová 2 g, hydroxid sodný 25 g, voda 100 ml

- Leptá se nejméně 1 min při $100 ^\circ\text{C}$ ponořením do toho činidla, nebo za pokojové teploty elektrolyticky při 6 V a stejnosměrném proudu po dobu 1 min.

- Nital: kyselina dusičná 2 ml až 5 ml, ethanol se doplní do 100 ml [6]

2.4.4 Výsledek

Hranice původních austenitických zrn v nadeutektoidní nauhličené povrchové vrstvě jsou lemovány proeutektoidním cementitem. [6][13]



Obr. 2.4. Mikrostruktura 9310 alloy steel (%C 0,08-0,13; %Mn 0,45-0,65; %Si 0,20-0,35; %Ni 3,0-3,5; %Cr 1,0-1,4; %Mo 0,08-0,15; %P,S 0,025 max [14]), délka měřítka 100 μ m, převzato z [11]

Leptáno alkalickým pikranem sodným, 90°C, 45s. Hranice zrn jsou velmi dobře patrné, zvýrazněné naleptaným cementitem. Zvýrazněn však nebyl pouze cementit uvolněný na hranicích austenitických zrn, ale částečně i další fáze (černé čárky uvnitř zrn). Tyto útvary ale nijak neznehodnocují výsledek. [11]

2.5 Metoda proeutektoidního feritu

2.5.1 Oblast využití

Hrubozrnné uhlíkové oceli s obsahem uhlíku mezi 0,26 % a 0,6 %, také nízkolegované oceli, jako např.: Mn-Mo, 1 % Cr, 1% Cr-Mo a 1,5% Cr-Ni. [6][13]

2.5.2 Příprava

Využijí se podmínky austenitizace, které jsou uvedeny v normě na výrobek. Aby došlo v případě uhlíkové nebo jiné oceli s nízkou prokalitelností, ke zvýraznění hranic austenitických zrn feritem, ochlazují se zkušební tělesa buď na vzduchu, v peci, nebo se nechají částečně izotermicky transformovat.

V případě legovaných ocelí se zkušební tělesa po austenitizaci nechají při vhodné teplotě v rozmezí 650 °C až 720 °C částečně izotermicky transformovat a pak se zakalí ve vodě. [6, 13]

Poznámka 1: Čas potřebný k transformaci se mění podle typu oceli, avšak postačující podíl feritu se obvykle vyloučí za 1 min až 5 min, i když jsou někdy potřebné delší časy až do 20 min.[6]

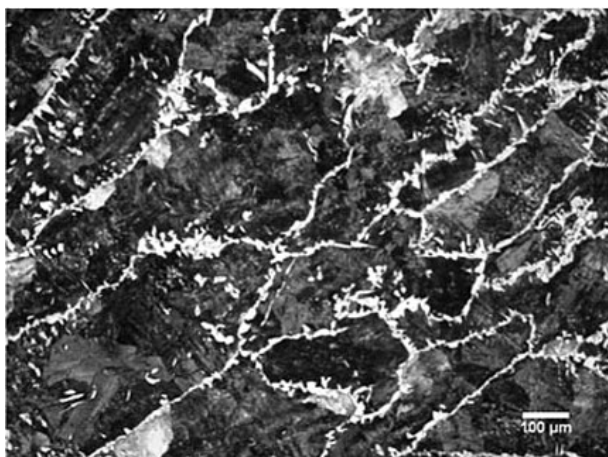
Poznámka 2: K dosažení jednotného způsobu transformace v průběhu izotermického zpracování u legovaných ocelí je vhodné zkušební těleso 12 mm x 6 mm x 3 mm. [6]

2.5.3 Leštění a leptání

K mikroskopickému zkoumání se připraví metalografický výbrus zkušebního tělesa, který se vyleští a naleptá. Zkušební tělesa se leptají ve vhodném leptadle, jako např. v kyselině chlorovodíkové a pikrové (Vilellaovo činidlo). V závislosti na přesném chemickém složení oceli může často stačit i nital. [6, 13]

2.5.4 Výsledek

Původní hranice austenitických zrn jsou zviditelněny jako síťovitý proeutektoidní ferit. [6, 13]



Obr. 2.5 PAZ zvýrazněna proeutektoidním feritem (složení použité oceli: %C 0,38; %Si 0,26; %Mn 0,79), převzato z [11].

Leptáno 2% nital. PAZ jsou přímo patrna.

2.6 Metoda bainitická/metoda stupňovitého kalení

2.6.1 Princip

Tato metoda je vhodná pro oceli přibližně eutektoidního složení, tj. s obsahem uhlíku 0,7 % nebo vyšším. Hranice původních austenitických zrn jsou zviditelněny sít'ovým jemného perlitu nebo bainitu, lemuujícím martenzitická zrna.

2.6.2 Příprava

Aby byla zajištěna úplná austenitizace zkušební tělesa, ohřeje se zkušební těleso na teplotu, která nepřevyšuje $A_{C3} + 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ (tzn. na teplotu, při které se ferit během ohřevu zcela transformuje na austenit).

Vzorek se ochladí řízenou rychlostí tak, aby vznikla částečně zakalená struktura jemného perlitu nebo bainitu, lemuující martenzitická zrna.

Tato struktura může vzniknout jedním z následujících způsobů:

- Úplným zakalením tyče o takových rozměrech průřezu, že se ve vodě nebo v oleji, podle toho, které médium je vhodnější, plně prokalí na povrchu, ale pouze částečně ve středu.
- Stupňovitým kalením délky tyče, o průměru nebo straně čtverce 12 mm až 25 mm, ponořením pouze části její délky do vody.

Po té následuje leštění a leptání. Austenitické zrna se stanovuje v rovině, podél které proběhlo ponoření vzorku do kalícího prostředí.[6, 13]

2.7 Zcitlivění austenitických korozivzdorných a manganových ocelí

Hranice zrn se mohou vyvolat vyloučením karbidů po ohřevu v teplotní oblasti zcitlivění 482 °C až 704 °C. Ke zviditelnění karbidů se může použít jakékoliv vhodné leptací činidlo.

U austenitických ocelí s velmi nízkým obsahem uhlíku se použití této metody nedoporučuje. [6]

2.8 Jiné metody zviditelnění hranic PAZ

Po tepelném zpracování některých ocelí se může struktura austenitických zrn projevit jako sít'ový proeutektoidního feritu/cementitu, sít'ovým perlitu atd. Při použití vhodného leptacího činidla pro danou ocel je takto možné sledovat hranice PAZ. [6]

2.9 Metoda stanovení velikosti austenitického zrna na lomu

2.9.1 Využití

Tato metoda je vhodná pro tvářené legované i nelegované oceli s obsahem uhlíku minimálně 0,3 %. [16]

2.9.2 Princip

Vzorek se zářezem se zakalí, následně přerazí v místě zářezu (tak jako při určování vrubové houževnatosti). Povrch lomové plochy se následně srovnává s etalonovou řadou. [16]

2.9.3 Požadavky na vzorek

Vzorky se odebírají z výrobků v dodaném stavu, v podélném směru vzhledem k průběhu vláken.

Vzorky mohou být čtvercového nebo kruhového průřezu se stranou čtverce nebo průměrem v rozmezí od 10 mm do 30 mm a v délce od 50 mm do 100 mm. Vzorky se nařezávají do hloubky 1 mm až 3 mm. [16]

2.9.4 Průběh zkoušení

Vzorky se zahřívají na teplotu o 20 °C až 30 °C vyšší než je teplota kalení předepsaná pro danou značku oceli. Doba výdrže na teplotě ohřevu je 30 min až 60 min. Vzorky se ochlazují v prostředí předepsaném pro kalení dané značky oceli.

Velikost zrna na lomu se stanoví porovnáním vzhledu povrchu lomu s etalony nebo jejich snímky. Etalonová řada je sestavena z deseti zakalených a přelomených vzorků.

Etalony jsou označeny čísly od 1 do 10, přičemž lom s nejhrubším zrnem je označen číslem 1 a lom s nejjemnějším zrnem číslem 10.

Jestliže se při zkoušení ocelí s malou prokalitelností vzorky zcela neprokalí, určí se velikost zrna na lomu ze vzhledu vnější vrstvy se zakalenou strukturou.

Velikost zrna na lomu se uvádí jedním číslem etalonové řady, když rozdíl ve velikosti zrna nepřevyšuje jedno číslo. Při rozdílu ve velikosti zrna větším než jedno číslo, se uvedou všechna čísla zrna v pořadí rozsahu jejich výskytu.

Etalonová řada se nachází v normě ČSN 42 0463 ST SEV 4037-83 strana 5.[16]

3 Metody určení velikosti zrna

3.1 Velikost zrna

Velikost zrna se vyjadřuje středním průměrem zrna, počtem zrn na 1mm^2 plochy výbrusu, nebo číslem velikosti zrna. Mezi jednotlivými způsoby vyjádření existuje převodní tabulka, uvedená například v normě ČSN EN ISO 643 na straně 35. [6]

3.1.1 Číslo velikosti zrna

Číslo velikosti zrna je definováno vzorcem:

$$m = 8 * 2^G \quad 2.1$$

kde G je velikost zrna, odvozená z čísla m , které vyjadřuje počet zrn, zjištěných na ploše 1mm^2 výbrusu vzorku. Tento vzorec se může převést do tohoto tvaru:

$$G = \frac{\log m}{\log 2} - 3 \quad 2.2$$

nebo:

$$G = \frac{\log m}{0,301} - 3 \quad 2.3$$

Pokud je zvětšení g pozorovaného vzorku větší než stonásobné, číslo velikosti zrna se převede podle vzorce:

$$G = M + 6,64 \log \frac{g}{100} \quad 2.4$$

kde M je číslo velikosti zrna, zjištěné bez ohledu na rozdílné zvětšení vzorku a normovaného vzorku.

Obrazy referenčních normovaných velikostí zrn jsou uvedeny v normě ČSN EN ISO 643 nebo v normě ASTM E112. [6, 17]

3.1.2 Metody určení velikosti zrna

Stanovení velikosti zrna se provádí následujícími metodami:

- 1. Metoda srovnávací
- 2. Metoda planimetrická (počítání zrn)
- 3. Metoda lineární (průsečíková)
- 4. Metoda podle Ministra a metoda podle Snyder-Graffa (speciální metody)

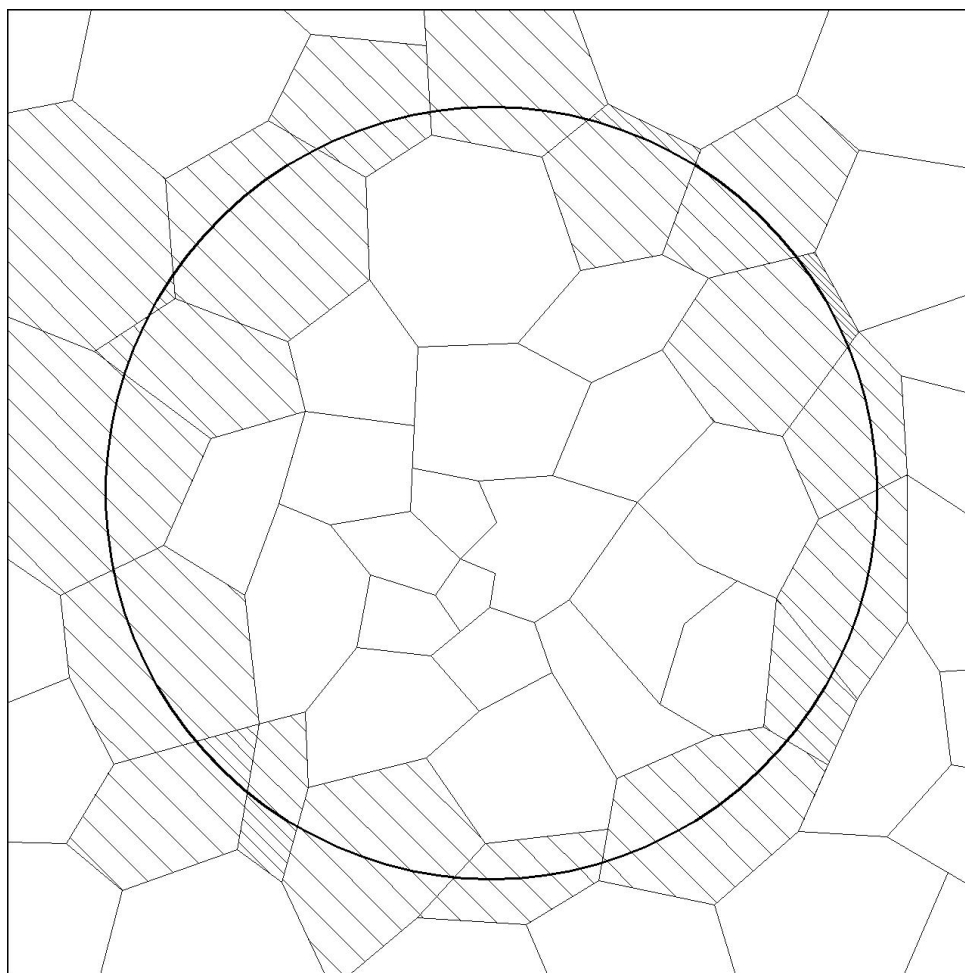
3.2 Metoda srovnávací

Tato metoda je vhodná pro stanovení velikosti rovnoosých zrn. Předností je rychlost a relativně dostatečná přesnost, která je ale bohužel ovlivněna subjektivitou pozorovatele.

Velikost zrna se stanoví srovnáním s referenčními vzorky, což jsou obrazy normalizovaných struktur, se známou velikostí zrna obvykle při zvětšení stonásobném. Normované velikosti zrn jsou číslovány od 00 (nejhrubší) do 10 (nejjemnější) tak, aby jejich čísla byla shodná s číslem velikosti zrna G. [6, 13]

3.3 Metoda planimetrická (počítání zrn)

Na fotografii nebo na aktuálním obrazu na matnici se narýsuje (či přiloží) kružnice o průměru 79,8 mm (obsah vymezené plochy je 5000 mm²). Zvětšení se volí tak, aby kruhová plocha obsahovala alespoň 50 zrn.



Obrázek 3.1 - Hodnocení počtu zrn na ploše vymezené kružnicí

Stanoví se počet zrn zcela uvnitř kružnice n_1 , a počet zrn protnutých kružnicí n_2 .

Celkový počet zrn při stonásobném zvětšení:

$$n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2} \quad 3.1$$

Počet zrn m na 1 mm^2 povrchu vzorku je pak:

$$m = 2 * n_{100} \quad 3.2$$

nebo v případě libovolného zvětšení g :

$$m = \frac{g^2}{5000} * n_g \quad 3.3$$

Tento přístup předpokládá, že zrna protnutá kružnicí jsou z poloviny uvnitř kružnice. Tento předpoklad platí pro přímku, nikoliv však pro křivku. Systematická chyba plynoucí z tohoto předpokladu vzrůstá se zmenšujícím se počtem zrn uvnitř kružnice. Pokud je počet zrn uvnitř alespoň 50, je systematická chyba přibližně 2%.

Využitím čtverce či obdélníku se této chybě vyhneme, bez ohledu na počet zrn uvnitř zkušebního obrazce. Postup sčítání zrn je ale jiný. Předpokládejme, že zrna v rozích obrazce jsou jednou čtvrtinou uvnitř. Zrna protnutá přímkami jsou z poloviny uvnitř. Počet zrn je tedy dán vzorcem:

$$n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2} + 1 \quad 3.4$$

Počet zrn na 1 mm^2 se pak stanoví podle:

$$m = \frac{g^2}{A_F} * n_{100} \quad 3.5$$

kde A_F je zdánlivá plocha zkušebního obrazce v mm^2 .

Střední plocha zrna v mm^2 se určí ze vzorce (pro kruhový i obdélníkový obrazec):

$$\bar{a} = \frac{1}{m} \quad 3.6$$

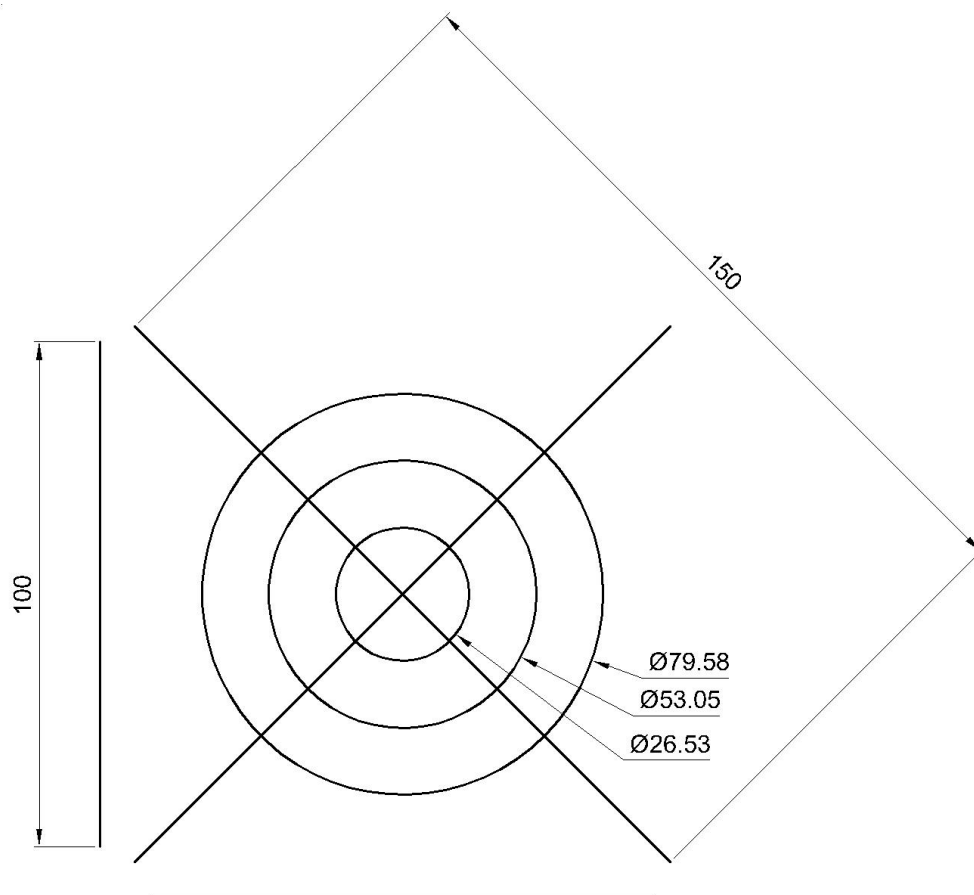
Střední průměr zrna:

$$\bar{d} = \bar{a}^{(-\frac{1}{2})} \quad 3.7$$

[6, 13, 17]

3.4 Metoda lineární (průsečíková)

Zjistí se počet zachycených úseků zrn N , zkušební čarou o známé délce při zvětšení g . Zkušební čáry mohou mít víceméně libovolnou délku, může být použita prostá úsečka, kružnice, nebo kombinace obou možností. Pro rovnoosá zrna postačí přímka, u zrn protáhlého tvaru se používá buďto kříž, nebo normou stanovený měřicí rastr.



Obrázek 3.2 - Doporučený měřicí rastr pro průsečíkovou metodu

N je 1 pokud zkušební čára prochází zrnem, 0,5 pokud končí uvnitř zrna a 0,5 pokud se dotýká hranice zrna. Tímto způsobem se spočítá počet zrn na daných úsečkách. Velikost zrna se pak vypočítá podle:

$$\bar{d} = L * g^{-1} * N^{-1} \quad 2.12$$

kde d je průměrná velikost zrna, L je celková délka úseček (kružnic), g je zvětšení a N je celkový počet zrn. [6,13, 17]

3.5 Speciální metody - Metoda podle Ministra a metoda podle Snyder-Graffa

Jedná se o speciální případy planimetrické metody.

3.5.1 Metoda podle Ministra

Jedná se o zjednodušený způsob. Na obrazu mikrostruktury se zjišťuje počet zrn zachycených kružnicí o průměru D . Počet zrn m připadajících na 1 mm^2 výbrusu se pak vyjádří vztahem:

$$m = \frac{N \cdot g}{3,5D} \quad 2.13$$

Zvětšení se volí tak, aby počet protátných zrn kružnicí byl nejméně 20. [6, 13]

3.5.2 Metoda podle Snyder-Graffa

Metoda spočívá ve stanovení počtu protátných zrn a jejich průměrného počtu na úseku 63,5 mm při zvětšení 500 násobném a na úseku 127 mm při zvětšení 1000násobném.

Metoda se používá především pro rychlořezné oceli. [6, 13]

4 Praktická část

Prvním vzorkem praktické části je chrom manganová ocel na ventily. Ocel je austenitická, takže po leptání pozorujeme přímo zrna austenitu, ohraničená síťovým cementitu.

Dalším vzorkem je ocel 100CrMnSi6-4. Ekvivalentem je dle českých norem ocel 14209. Na tomto vzorku jsme se pokusili demonstrovat metodu podle Becheta-Beaujarda. Tato metoda však vyžaduje určité minimální množství fosforu. Náš vzorek tohoto minimálního množství bohužel nedosahoval. Experiment byl tedy neúspěšný.

Následují vzorky oceli 12050, na kterých jsme demonstrovali metodu proeutektoidního feritu. Bylo vyzkoušeno několik programů chladnutí vzorků, z nichž dva poskytly uspokojivé výsledky, kde byly hranice PAZ zvýrazněny síťovým feritu.

V dalším bodě se věnujeme oceli 12060. Vzorek pochází z válcované oceli a neprováděli jsme na něm žádné speciální tepelné zpracování. Stejně jako u oceli 12050 došlo ke zvýraznění PAZ síťovým feritu.

Dalšími vzorky je ocel 14209, zde jsme se pokusili demonstrovat metodu bainitickou (z bodu 2.6). Z řady programů tepelného zpracování nám bohužel přinesly výsledky pouze dva. Z důvodů obav, o zhrubnutí austenitu vlivem vysoké austenitizační teploty/času, jsme nevolili program tepelného zpracování takovým způsobem, který by zaručil uspokojivé výsledky (jasně patrné hranice PAZ). U dvou uvedených vzorků jsou však čitelné náznaky hranic PAZ.

Předposlední vzorek je z oceli 1.4748. Po provedení tepelného zpracování dle materiálového listu byly následně naleptány přímo hranice zrn. Hranice PAZ jsou čitelné.

Poslední vzorek je z oceli 1.3505. Jedná se o ocel na valivá ložiska, ekvivalentem dle českých norem je ocel 14109. Tepelné zpracování proběhlo velmi podobně, jako v případě oceli 14209, na rozdíl od těchto vzorků jsou však hranice PAZ při větším zvětšení jasně patrné a to díky síťovému cementitu.

Experimentální technika

Příprava metalografických preparátů

Rozřezání experimentálních materiálů bylo provedeno pomocí přesného metalografického dělicího zařízení STRUERS Secotom 50.

Metalografické výbrusy byly připraveny konvenčními technikami – broušením za mokra a leštěním diamantovými suspenzemi fy Struers. Finální mechanicko-chemické doleštění bylo případně provedeno pomocí suspenze OP-Chem fy Struers. Mikrostruktura materiálu byla vyvolána chemickým leptáním pomocí leptadel Nital či Villela-Bain.

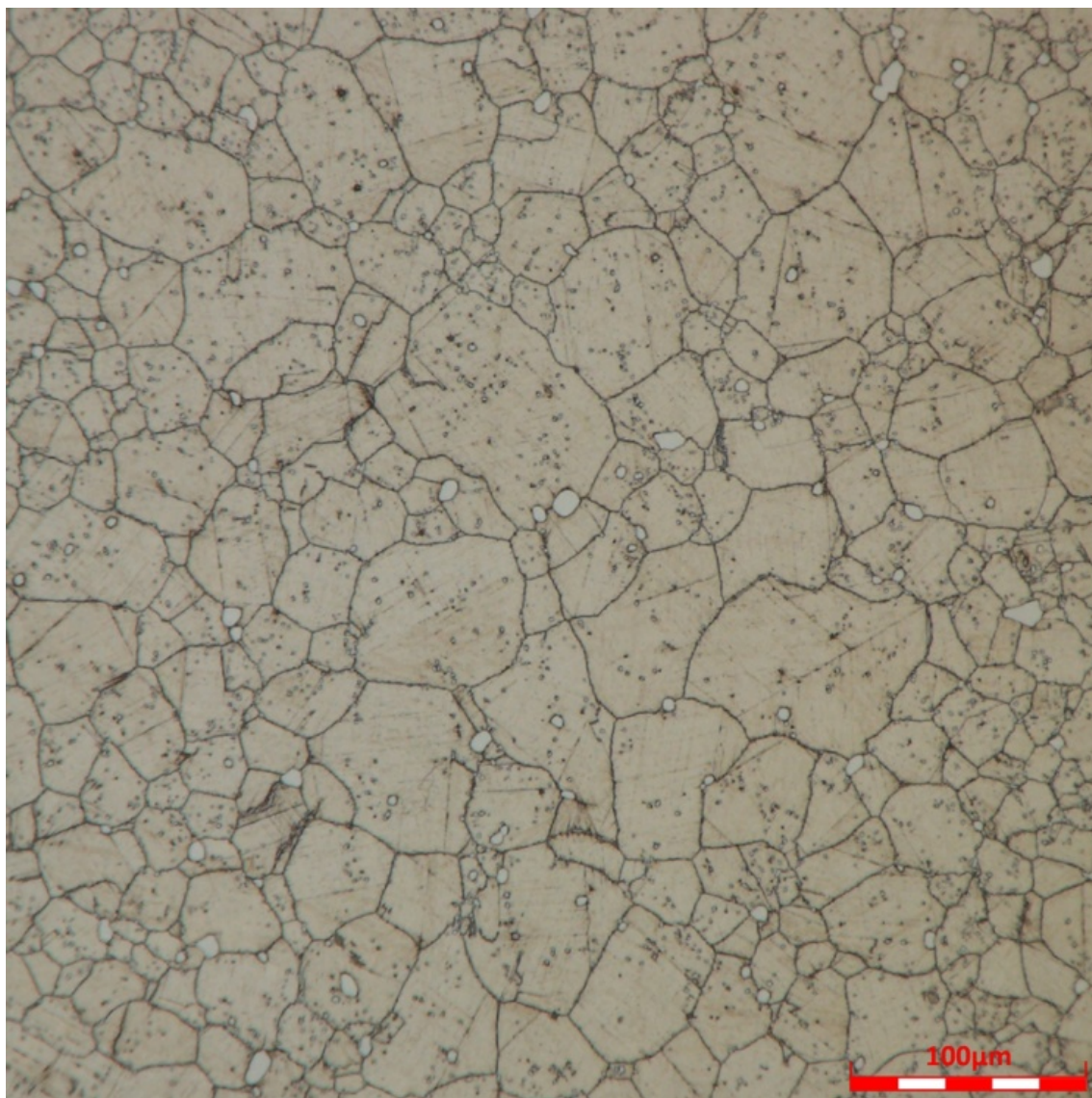
Světelná mikroskopie

Pozorování a dokumentace vzorků byly prováděny na 3D opto-digitálním mikroskopu s vysokým rozlišením OLYMPUS DSX510.

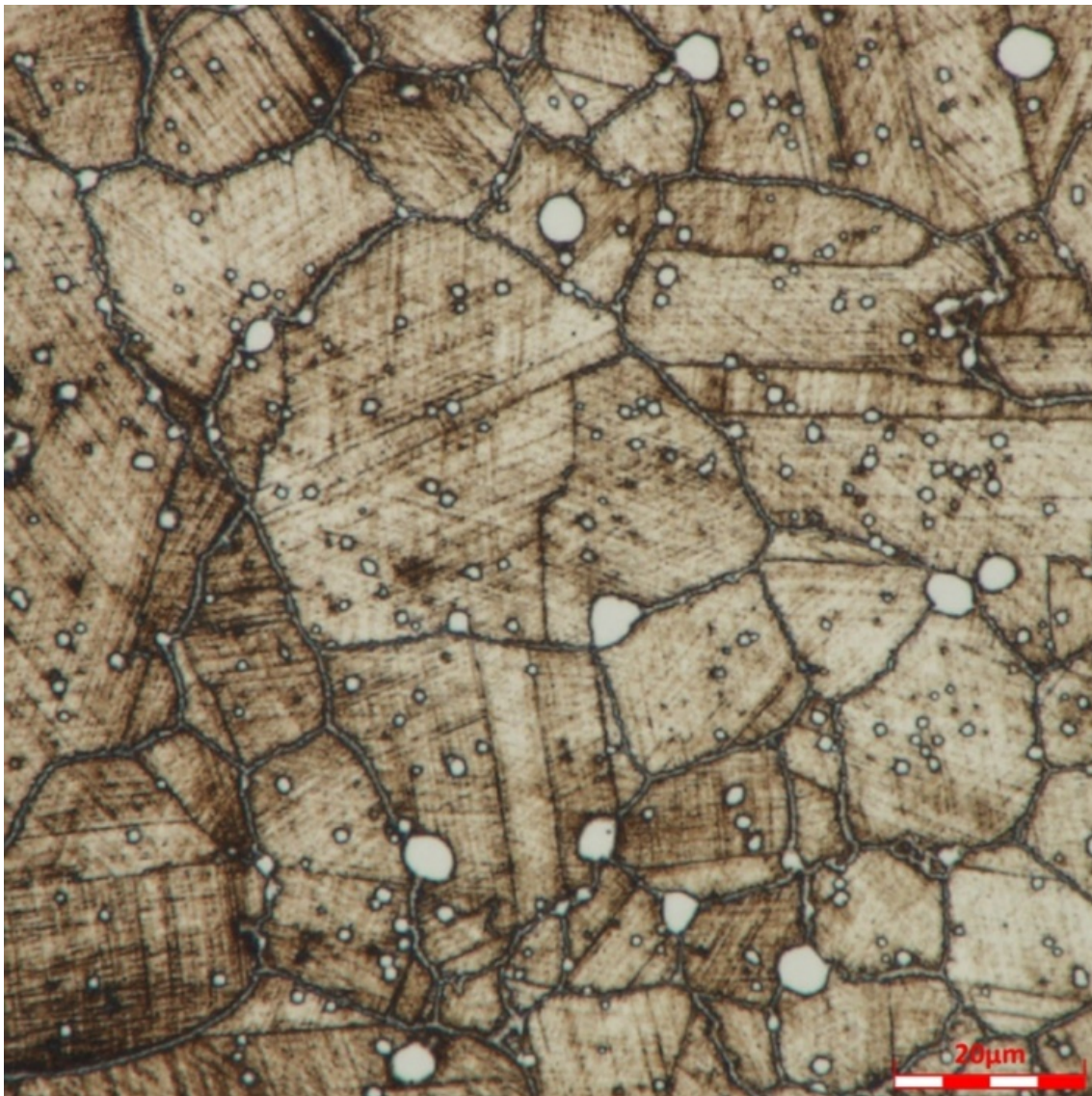
4.1 Ocel 1.4871 (austenitická ocel)

Tabulka 4.1 chemické složení oceli 1.4871 (hmot. %)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	N
0,48-0,58	max 0,25	8,00-10,0	max 0,045	max 0,030	20,0-22,0	3,25-4,50	0,35-0,50



Obr 4.1.1 Austenitická struktura oceli 1.4871, zvětšení 600x, leptadlo Villela-Bain



Obr. 4.1.2 Detail oceli 1.4871, zvětšení 2400x, leptadlo Villela-Bain

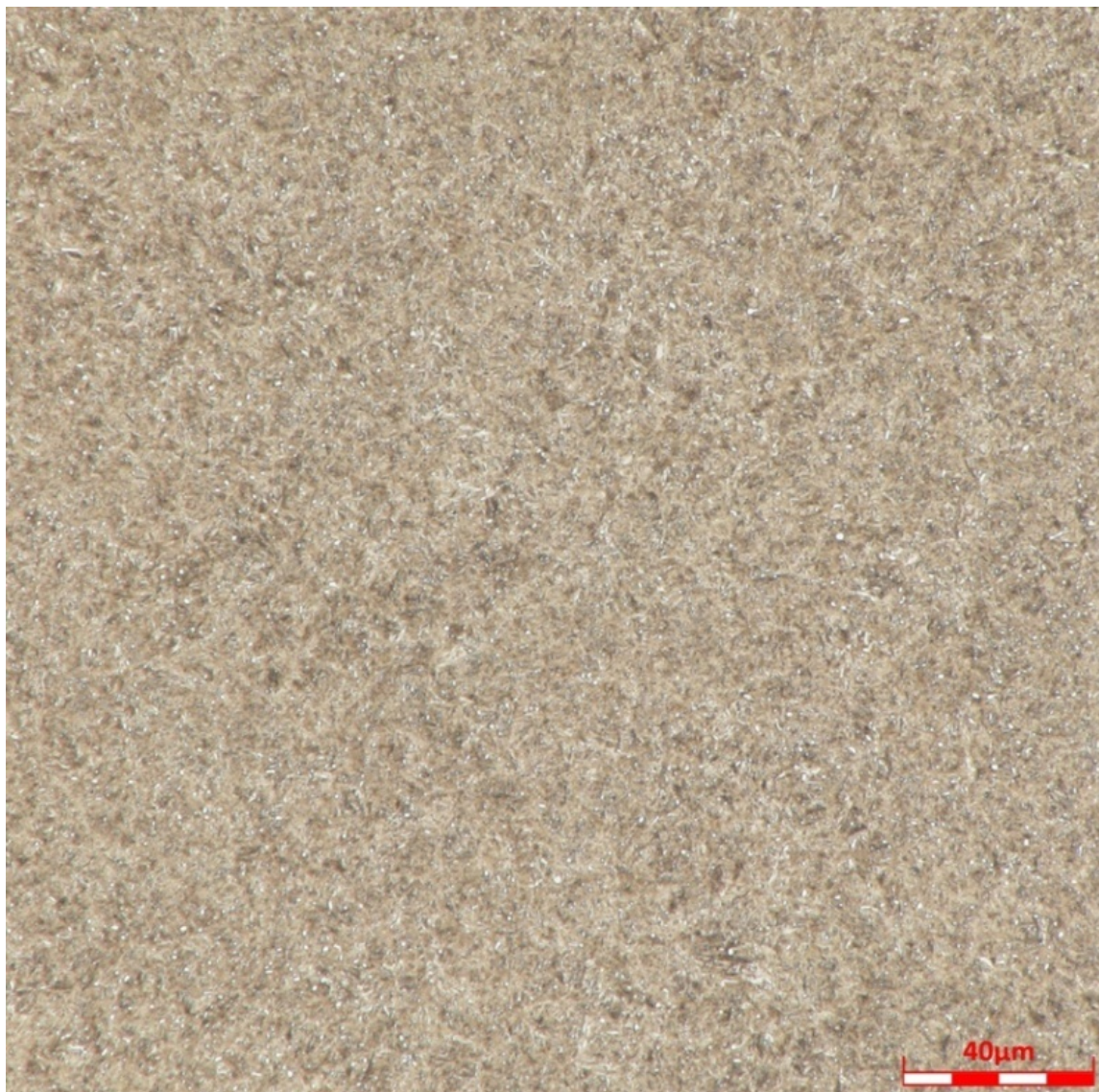
Hranice austenitických zrn jsou na vzorku přímo patrný. Austenitická dvojčata jsou dobře rozlišitelná od samotných hranic zrn (výrazné bílé globulární útvary jsou karbidy typu $M_{23}C_6$, tento karbid je vyloučen i po hranicích zrn. Takovéto vyloučení karbidů bylo způsobeno „špatným“ tepelným zpracováním – velmi pomalým ochlazením.).

Na fotografii 4.1.1 jsme pro představu provedli měření velikosti zrna. Postup a výsledek je uveden v příloze A. Měření proběhlo v souladu s normou ČSN 42 0462. Velikost zrna $G = 6$ (střední délka úseku $\bar{L} = 31,25\mu m$).

4.2 Ocel 100CrMnSi6-4 (metoda podle Becheta-Beaujarda)

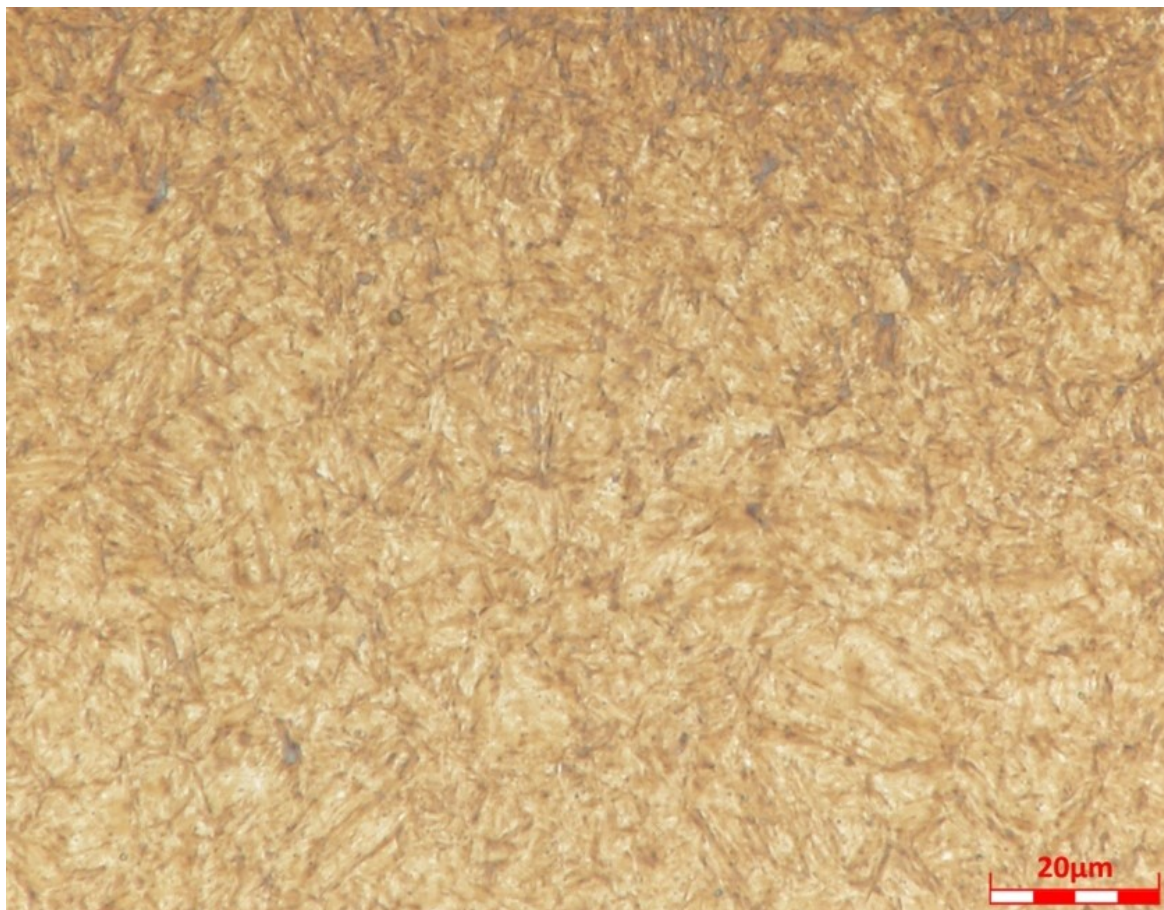
Tabulka 4.2.1 chemické složení oceli 100CrMnSi6-4(ekv. ČSN 14 209), (hmot. %)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu
1,01	0,60	1,15	0,004	0,002	1,54	0,02	0,01	0,03



Obr. 4.2.1 Výchozí stav oceli 100CrMnSi6-4, zvětšení 1200x, leptadlo nital 2%

Obr. 4.2.1 vypovídá o výchozím stavu oceli 100CrMnSi6-4 po tepelném zpracování. Strukturu tvoří martenzit, zbytkový austenit a karbidy.



Obr. 4.2.2 Ocel 100CrMnSi6-4, zvětšení 2000x, leptáno Bechet-Beaujardovým činidlem

Podle metody dle Becheta-Beaujarda by obrázek 4.2.2 měl znázorňovat hranice austenitických zrn. Hranice však nejsou vůbec patrné, což je způsobeno především nízkým obsahem fosforu v tomto vzorku (norma ČSN EN ISO 643 uvádí, že obsah fosforu musí být nejméně 0,005%, což tento vzorek nesplňuje).

4.3 Ocel 12050 (metoda proeutektoidního feritu)

Tabulka 4.3.1 tepelné zpracování vzorků oceli 12050, všechny vzorky byly následně leptány nitalem 2%

Číslo vzorku	Podmínky austenitizace	Podmínky chlazení	Kalící prostředí
1	830°C/30 minut	-	voda
2	830°C/30 minut	Otevřená pec 10 minut	voda
3	830°C/30 minut	Vzduch 2 minuty	voda
4	830°C/30 minut	Vzduch 4 minuty	voda



Obr. 4.3.1 Vzorek 1, zvětšení 400x

Na obr. 4.3.1 při tomto zvětšení nejsou hranice zrn přímo patrný. Jejich tvar a velikost napovídají úseky bainitu po hranicích hrubého martenzitu.



Obr. 4.3.2 Vzorek 1, zvětšení 1000x

Na obr. 4.3.2 při tomto zvětšení jsou hranice lépe patrné, martenzitické útvary jsou místy lemovány trustitem (jemný perlit). Při zakalení vzorku křivka chladnutí protнула oblasti bainitu a perlitu.



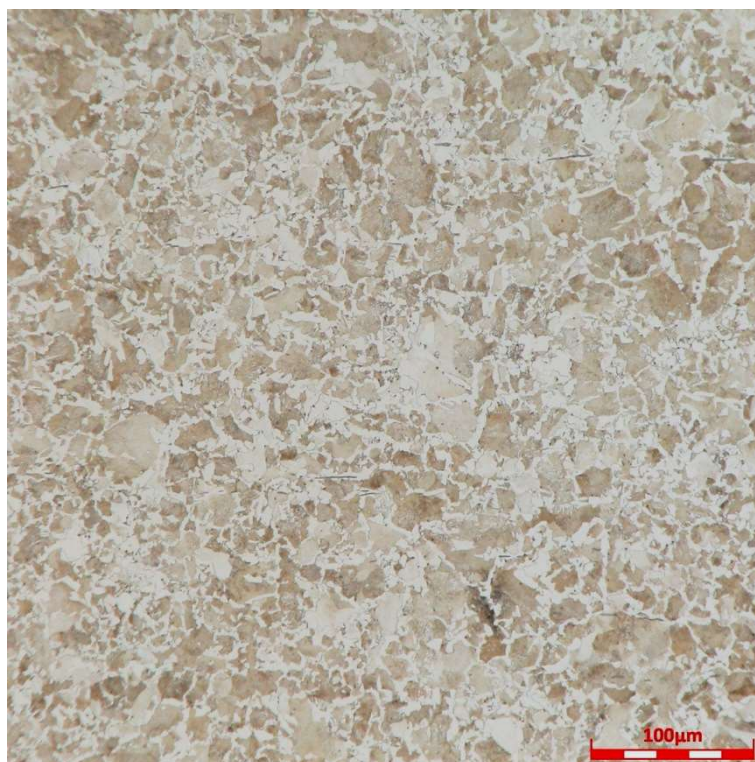
Obr. 4.3.3 Vzorek 1, zvětšení 3200x

Na obr 4.3.3 je možné identifikovat několik PAZ, zvýrazněných trustitem a bainitem.

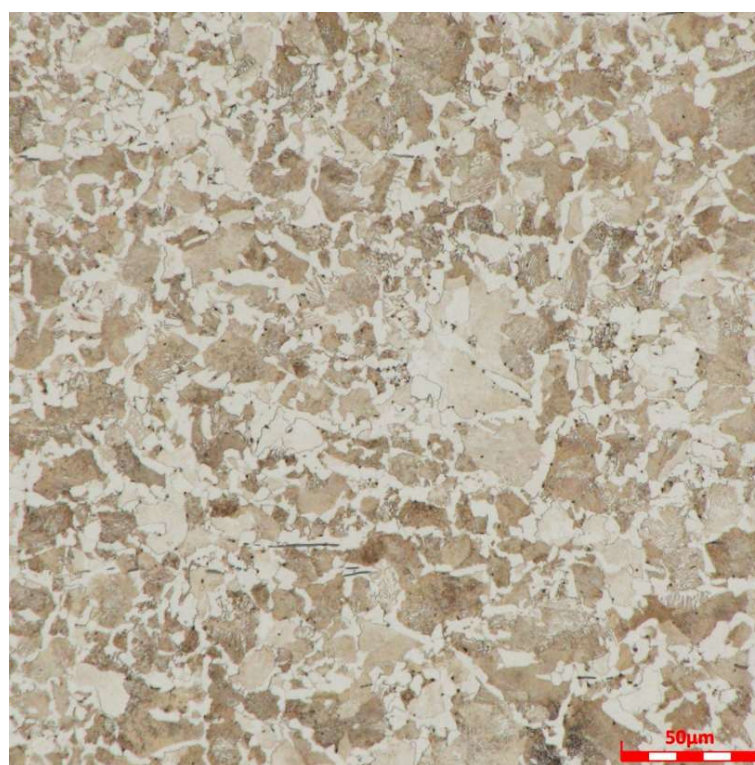


Obr. 4.3.4 Vzorek 2, zvětšení 600x

Obr. 4.3.4 vzorku 2 je jasně patrný perlit a ferit, ke zviditelnění austenitických zrn ale nedošlo, protože vzorek chladnul příliš dlouho.

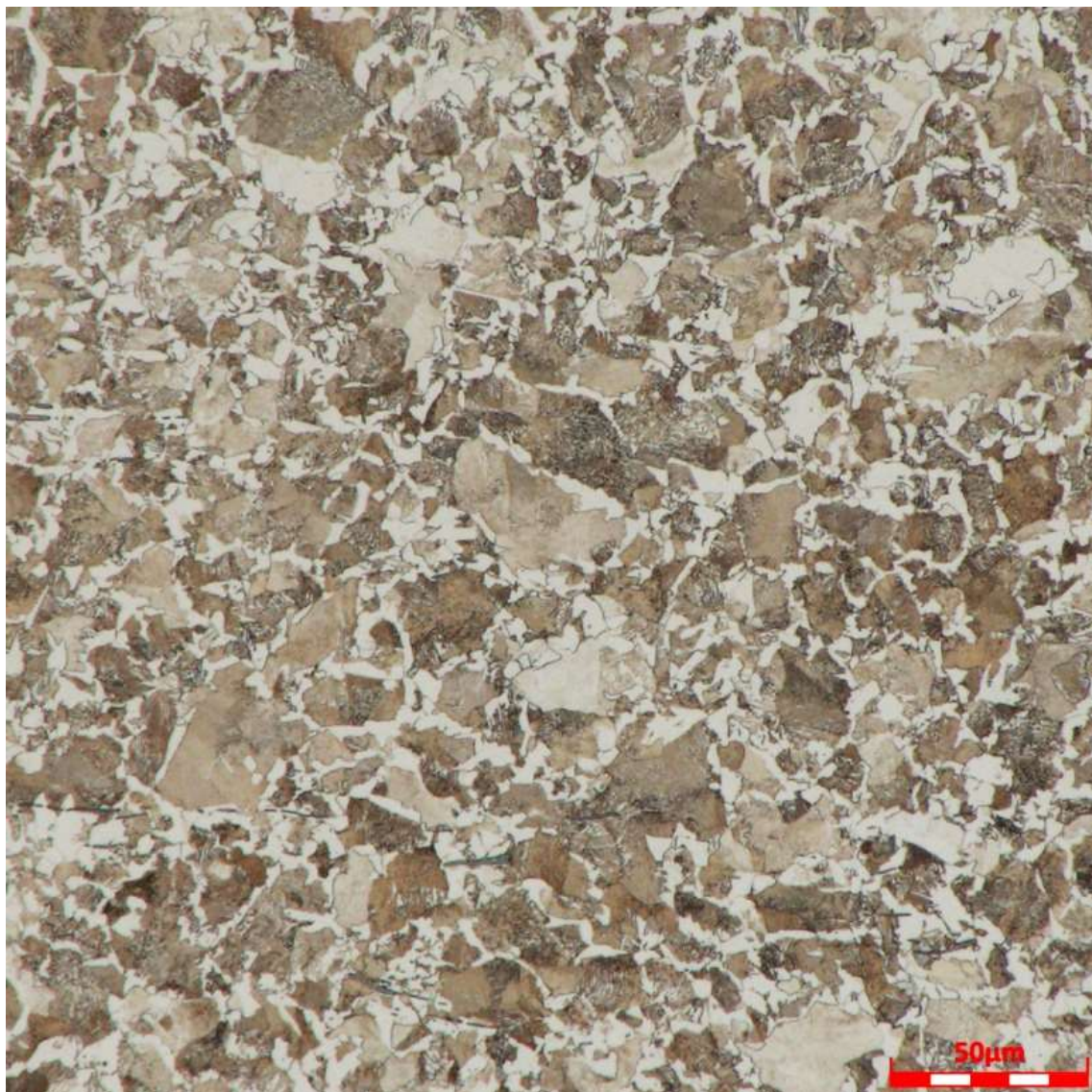


Obr. 4.3.5 Vzorek 3, zvětšení 600x, střední část vzorku



Obr. 4.3.6 Vzorek 3, zvětšení 1000x, střední část vzorku

Na obr. 4.3.5 a 4.3.6 jsou viditelná zrna perlitu, lemovaná feritem. Zde jsou v porovnání se vzorky 1 a 2 hranice PAZ lépe čitelná.

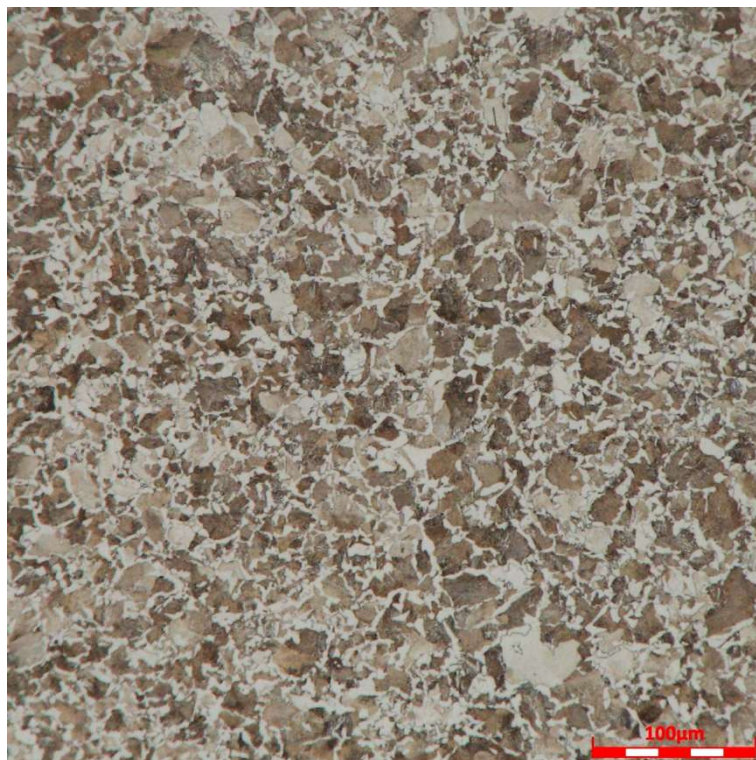


Obr. 4.3.7 Vzorek 3, zvětšení 1000x, okrajová část vzorku

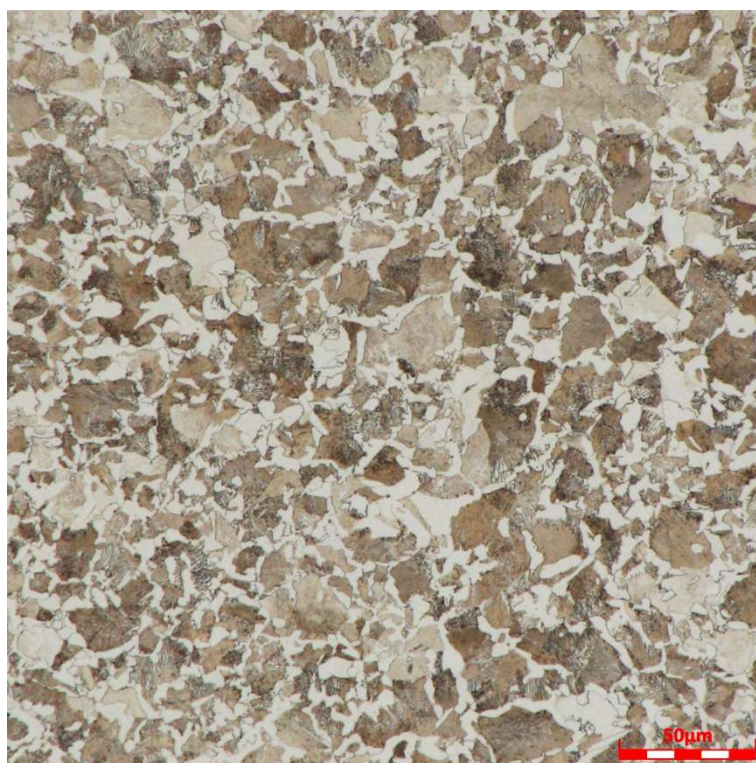
Okraj vzorku chladnul rychleji než jeho střední část, hranice PAZ jsou lépe patrný.

Tepelné zpracování vzorku 3 bylo zpětně vyhodnoceno jako nejvhodnější. Hranice PAZ jsou lépe patrný v okrajové části vzorku. Tento fakt nás směřuje k závěru, že pokud bychom ještě chtěli upravit tepelné zpracování, volili bychom kratší dobu chlazení na vzduchu.

Nafotografii 4.3.7 jsme pro představu provedli měření velikosti zrna. Postup a výsledek je uveden v příloze A. Měření proběhlo v souladu s normou ČSN 42 046. Velikost zrna $G = 9$ (střední délka úseku $\bar{L} = 13,4\mu m$).



Obr. 4.3.8 Vzorek 4, zvětšení 600x



Obr. 4.3.9 Vzorek 4, zvětšení 1000x

Čtvrtý vzorek chladnul pomaleji než vzorek 3, feritické síťoví je hrubší a často splývá. Rozeznávání hranic PAZ je stále možné, v některých místech ale problematické.

4.4 Ocel 12060 (prosté leptání)

Tabulka 4.4.1 chemické složení oceli 12060

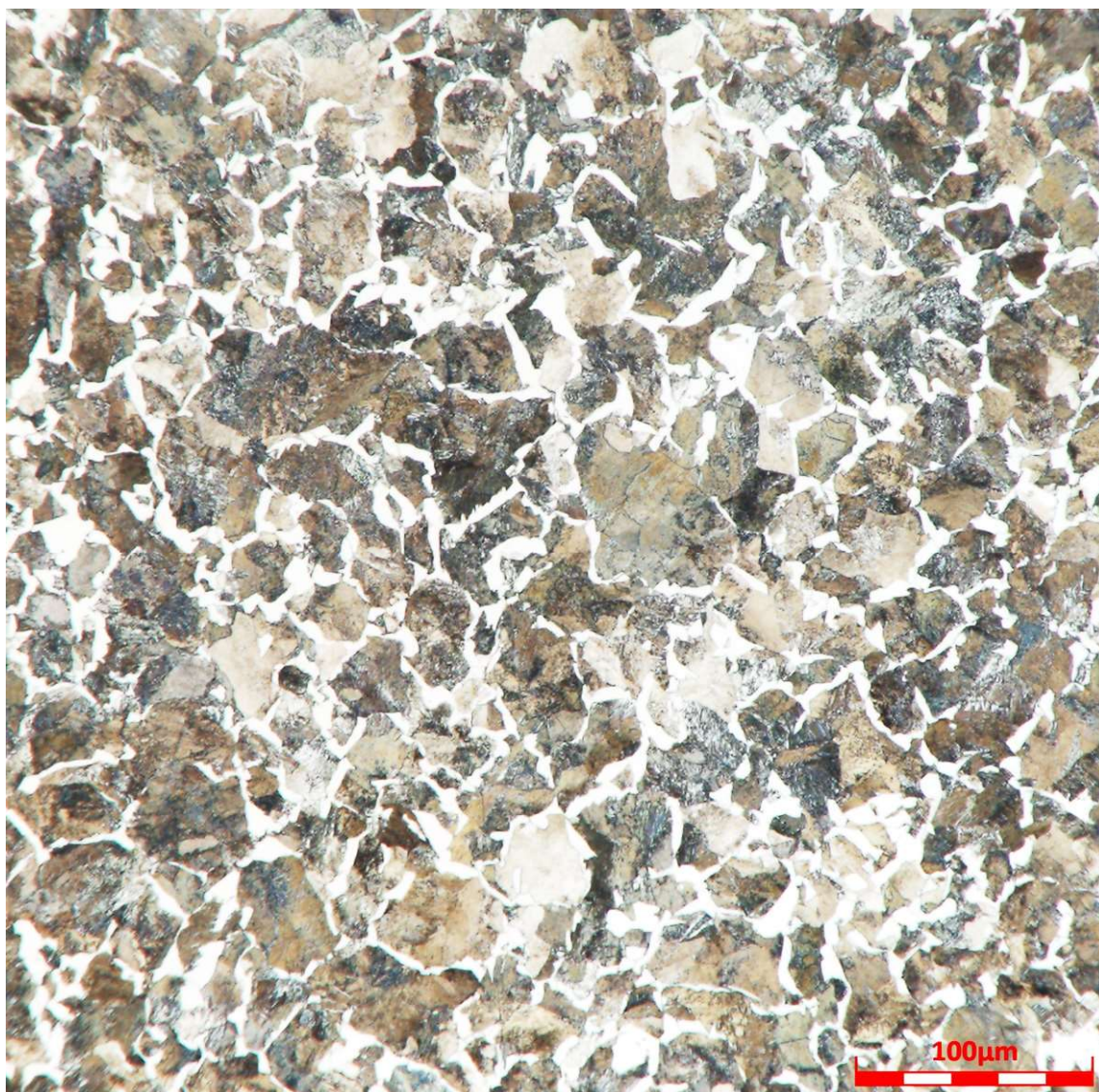
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu
0,583	0,291	0,788	0,0033	0,0039	0,121	0,027	0,106	0,185



Obr. 4.4.1 Ocel 12060, zvětšení 150x, leptáno nitalem 2%

Tento vzorek pochází z válcované oceli. V rámci zvýraznění PAZ nebylo použito žádné zvláštní tepelné zpracování. V průběhu válcování se PAZ zvýraznila vyloučením síťoví feritu, který je na obr.4.4.1 velmi dobře patrný.

Na fotografii 4.4.1 jsme pro představu provedli měření velikosti zrna. Postup a výsledek je uveden v příloze A. Měření proběhlo v souladu s normou ČSN 42 0462.



Obr 4.4.2 Ocel 12060, zvětšení 600x, leptáno nitalem 2%

Na obr. 4.4.2 je opět vidět feritické síťoví po hranicích perlitu. Při tomto zvětšení je patrné, že síťoví místy splývá, hranice PAZ jsou ale i tak dobře čitelné.

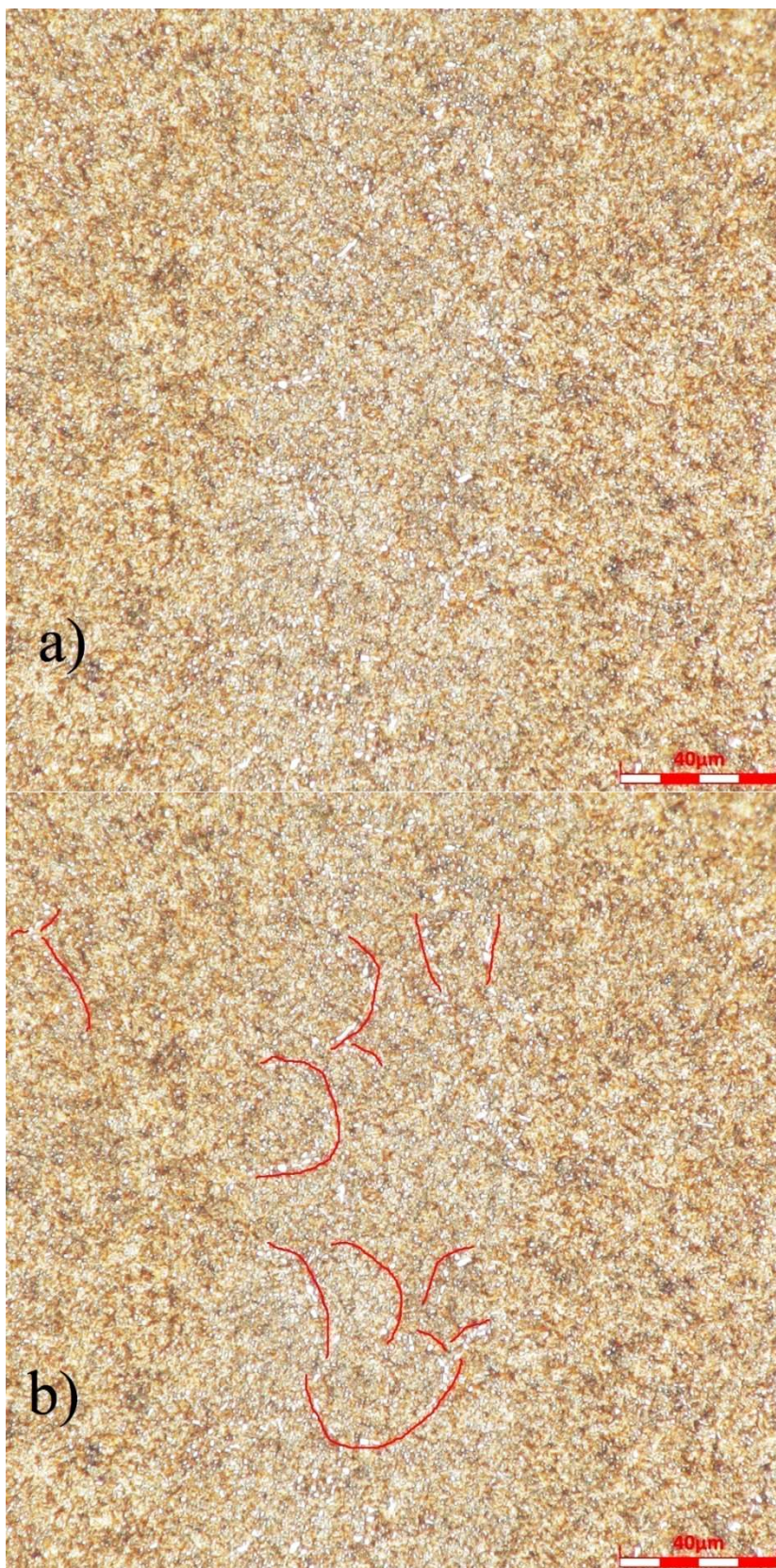
4.5 Ocel 14209 (metoda bainitická nebo metoda stupňovitého kalení)

Příprava těchto vzorků se ukázala jako velmi problematická. Většina vzorků vůbec neposkytla očekávané výsledky. Teploty a doby austenitizace byly příliš nízké (z důvodů obav, ze zhrubnutí austenitu, jsme se snažili program austenitizace držet v rámci doporučení materiálových listů). Poslední dva vzorky, které jsme připravili, přinesly alespoň náznak dobrého výsledku.

Tabulka 4.5.1 tepelné zpracování vzorků oceli 14209, vzorky byly následně leptány nitalem 2% (teplota A_{cm} podle materiálového listu je 780°C)

Číslo vzorku	Podmínky austenitizace	Podmínky chladnutí	Kalící prostředí
1	820°C/1 hodina	770°C/10 minut	olej
2	820°C/1 hodiny	770°C/30 minut	olej

Na obrázcích 4.5.1 až 4.5.4 jsou struktury vzorků uvedených v tabulce 4.5.1. Ve všech případech vidíme náznaky hranic PAZ, zvýrazněných sekundárním cementitem, celé zrna však snadno identifikovatelná nejsou. Na fotografiích jsou také rozlišitelné drobné a hrubé karbidy. Hrubší karbidy jsou ty karbidy, které nebyly rozpuštěny během austenitizace, přitom principem této metody, je rozpuštění i těchto karbidů. V obou případech jsme dosáhli velmi podobných výsledků, ačkoliv podmínky chladnutí vzorků byly odlišné. To napovídá, že množství uhlíku, který se měl vylučovat po hranicích PAZ, bylo nedostatečné, právě z důvodu hrubých původních karbidů, které se dostatečně nerozpustily. Abychom docílili homogenního austenitu, museli bychom zvýšit teplotu/čas austenitizace (v takovém případě by ale PAZ mohla zhrubnout, jejich velikost by neodpovídala velikosti PAZ výrobků, zpracovaných podle materiálových listů).

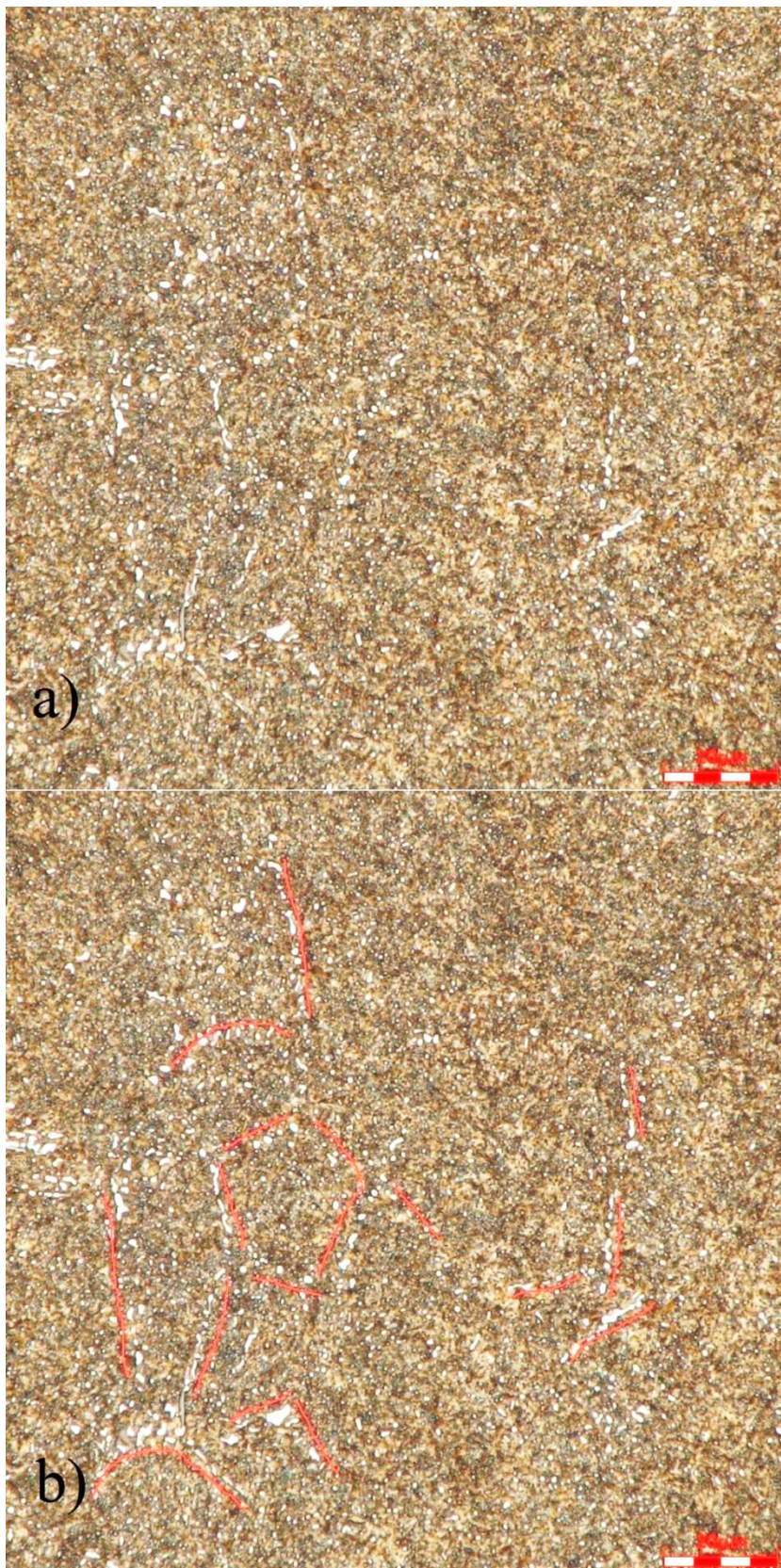


Obr. 4.5.1 Vzorek 1,
zvětšení 1400x,

a) původní fotografie

b) zvýraznění hranic PAZ

Na obr. 4.5.1 jsou vidět
jemnější a hrubší karbidy.
V některých místech je
možno rozeznat hranici
PAZ. Celá zrna se však
identifikovat nedají.

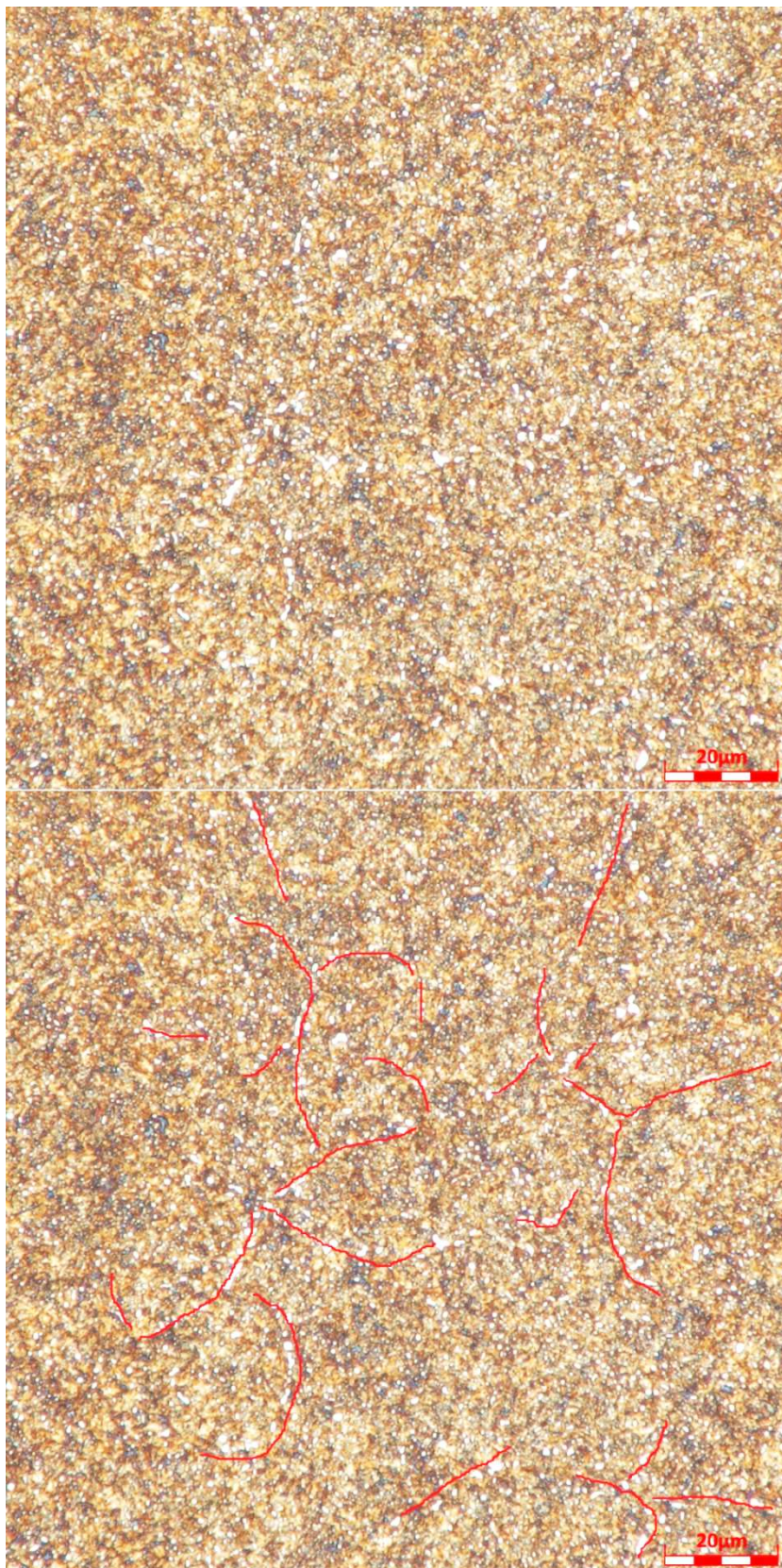


Obr. 4.5.2 Vzorek 1,
zvětšení 2000x,

a) původní fotografie

b) zvýraznění hranic PAZ

Obr. 4.5.2 je jiné místo vzorku 1 s větším zvětšením. Opět jsou čitelné některé hranice, celá PAZ jen výjimečně. Jsou také výrazné karbidy, které se nerozpustily během austenitizace.

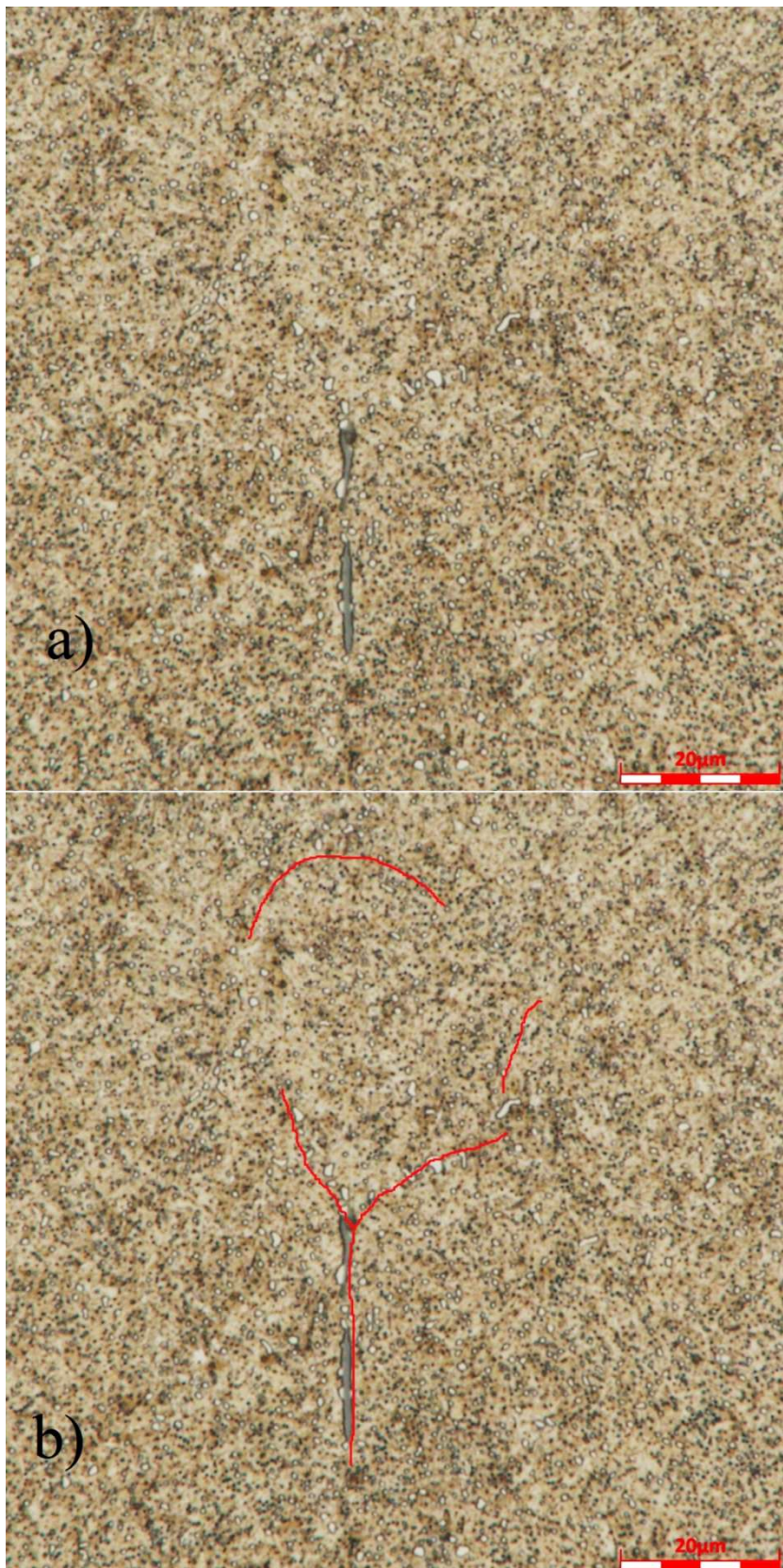


Obr. 4.5.3 Vzorek 2,
zvětšení 2000x,

a) původní fotografie

b) zvýraznění hranic PAZ

I na obrázku 4.5.3 se setkáváme se stejným výsledkem jako u předchozích obrázků. Tedy částečně zvýrazněné hranice PAZ a hrubší karbidy nerozpuštěné během austenitizace.



Obr 4.5.4 Vzorek 2,
zvětšení 2800x,

a) původní fotografie

b) zvýraznění hranic PAZ

Na obr. 4.5.4, který byl
pořízen při největším
zvětšení, pozorujeme
náznak hranic, mezi třemi
PAZ, zvýrazněných řádky
hrubších karbidů.

4.6 Ocel 1.4748

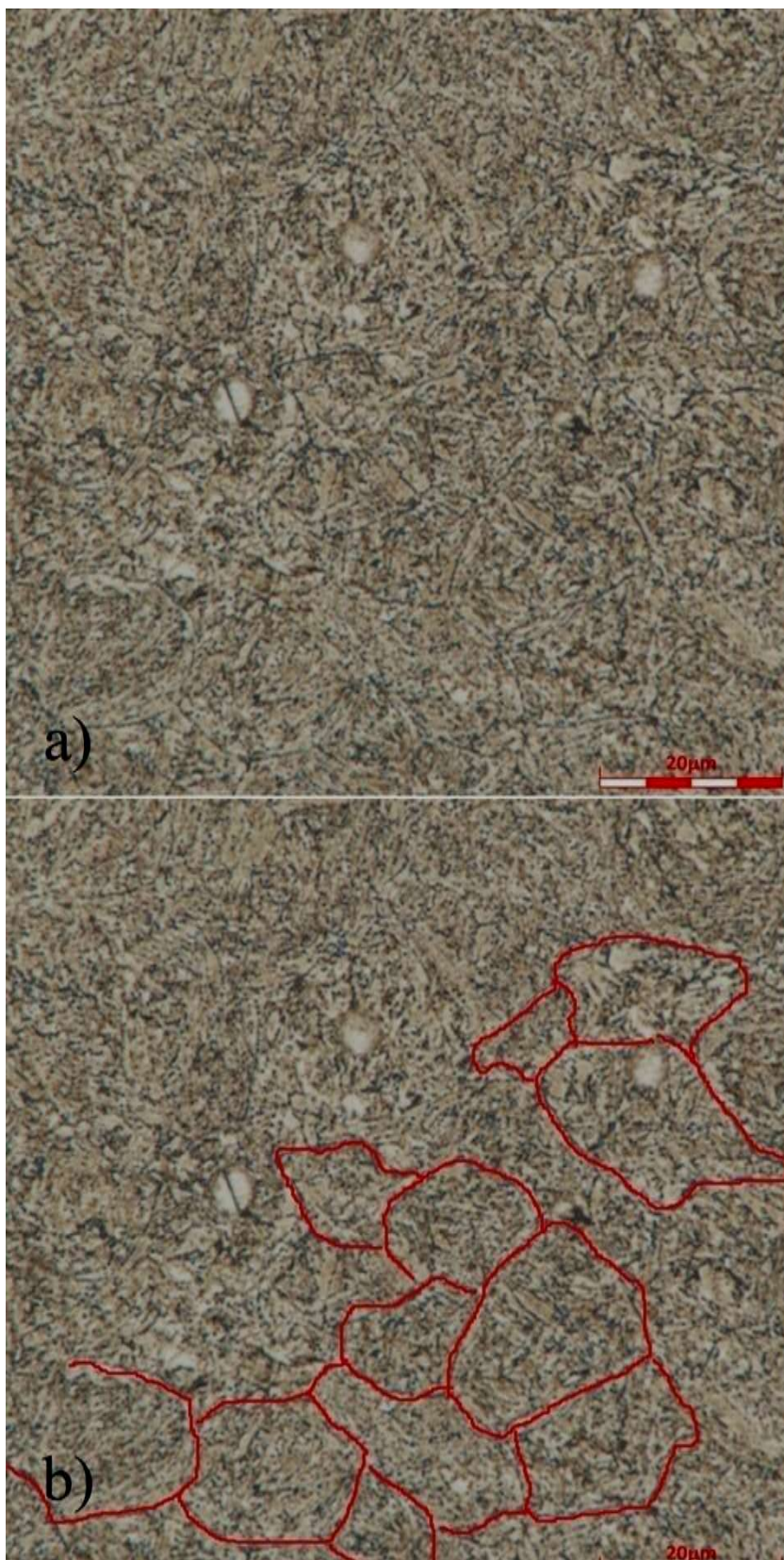
Tabulka 4.2.2 chemické složení oceli 1.4748, (hmot. %)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V
0,80-0,90	max 1,00	max 1,50	max 0,040	max 0,030	16,5-18,5	2,00-2,50	0,30-0,60

Tepelné zpracování tohoto vzorku proběhlo dle materiálového listu.



Obr. 4.2.3 Ocel 1.4748, zvětšení 1600x, leptadlo Villela-Bain



Obr. 4.2.4 Ocel 1.4748,
zvětšení 3200x,

a) původní fotografie,

b) zvýraznění hranic PAZ

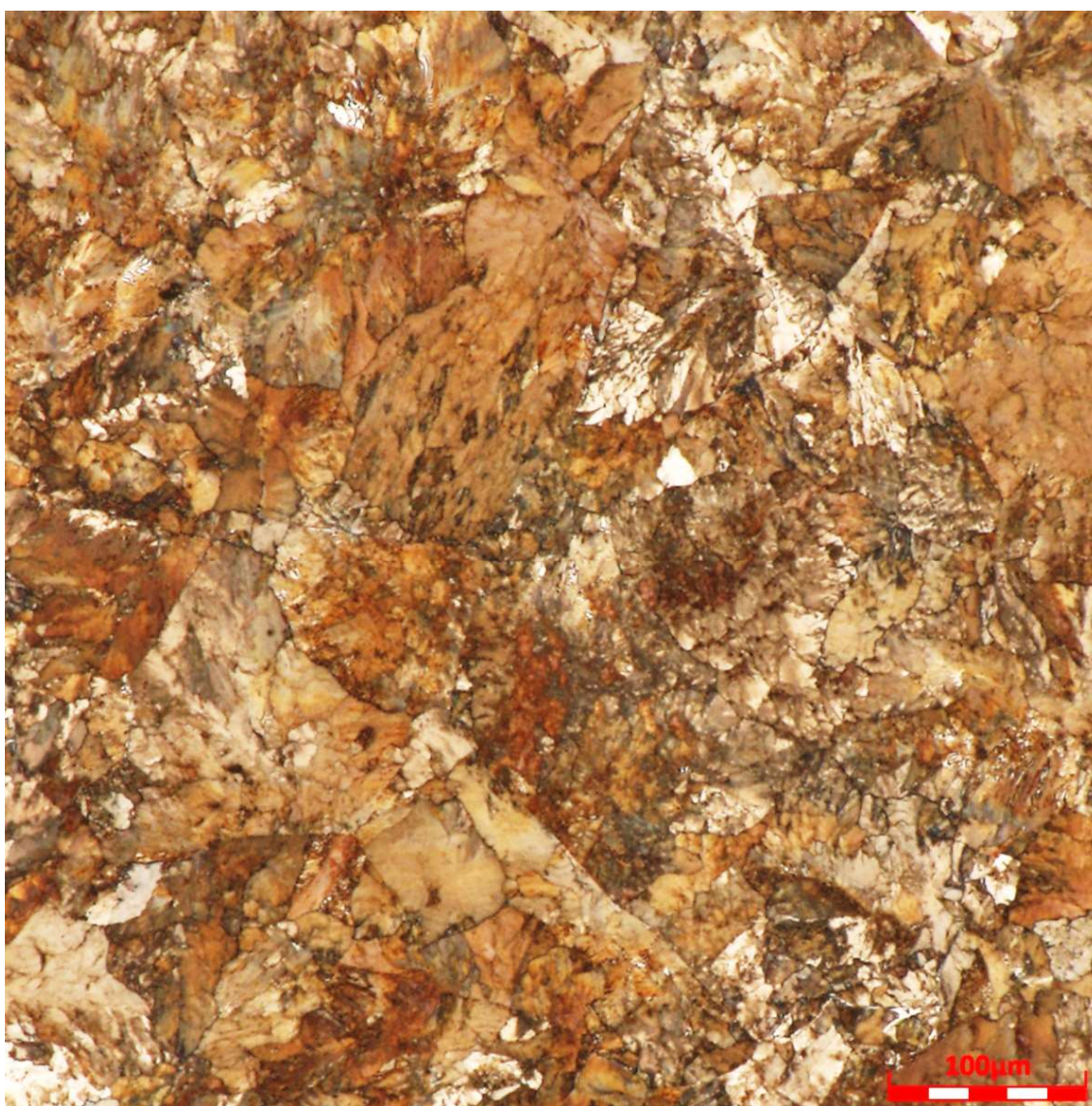
Hranice PAZ byly naleptány přímo. Tento vzorek je potvrzením bodu 2.9, tedy že hranice PAZ mohou být sledovány u některých ocelí i po běžném tepelném zpracování a vhodném leptání.

4.7 Chromová ocel na valivá ložiska 1.3505 (ekv. ČSN 14 109)

Tabulka 4.7.1 chemické složení oceli 1.3505

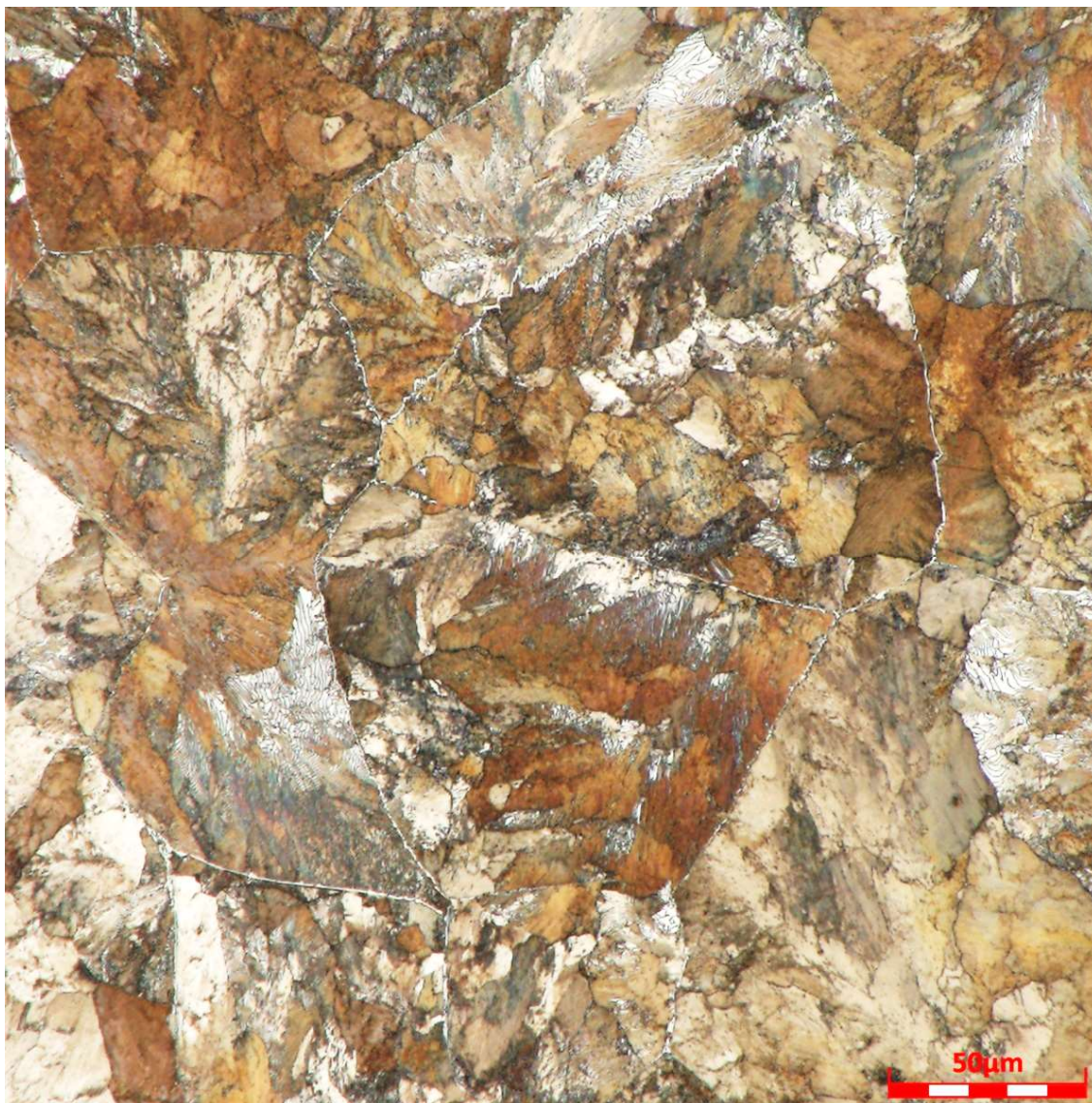
C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu
0,90-1,05	0,15-0,35	0,25-0,45	max 0,030	max 0,025	1,35-1,65	max 0,30	max 0,30

Austenitizace tohoto vzorku probíhala na 820°C (nad A_{cm}) po dobu jedné hodiny. Ochlazení probíhalo v peci na 770°C taktéž po dobu jedné hodiny, s následujícím ochlazením na vzduchu.



Obr. 4.7.1 Ocel 1.3505, zvětšení 500x, leptáno nitalem 2%

Na obr. 4.7.1 jsou při tomto zvětšení patrný náznaky hranic PAZ.



Obr. 4.7.2 Ocel 1.3505, zvětšení 1000x, leptáno nitalem 2%

Obr. 4.7.2 je detailem obr. 4.7.1. Při tomto zvětšení je patrné sít'ová cementitu, zvýrazňující hranice PAZ.

5 Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo popsat a demonstrovat metody zviditelnění austenitických zrn v ocelích. V rámci teoretické části jsme se také věnovali významu velikosti původního austenitického zrna, hrubnutí austenitu a obecným metodám počítání velikosti zrna.

V rámci popisu metod zviditelnění PAZ jsme v některých případech dohledali příklady z externích zdrojů. Tyto fotografie slouží jako doplňkové příklady k metodám, které jsme buďto sami v rámci experimentů neprováděli, nebo se nám nepodařilo metody v přijatelné podobě demonstrovat.

Hlavní experimenty byly provedeny v oblasti metody proeutektoidního feritu na oceli 12050 a v oblasti metody bainitické/stupňovitého kalení na oceli 14209.

Experimenty na oceli 12050 přinesly uspokojivé výsledky. Tepelné zpracování, respektive program chladnutí vzorku, bylo optimalizováno takovým způsobem, že na vzorcích jsou PAZ dobře patrné a bylo provedeno i demonstrativní měření velikosti těchto zrn.

Zvýraznění PAZ u oceli 14209 se ukázalo jako velmi problematické. Austenitizační teplota a čas uvedené v materiálovém listu se ukázaly jako nedostatečné pro homogenizaci austenitu v takové míře, která by umožnila jasně patrné zvýraznění PAZ. U vzorků, kde jsme zvolili nejdelší časy austenitizace, se nám povedlo částečně zvýraznit hranice PAZ. Ačkoliv tyto hranice nejsou jasně patrné, mohou napovídat velikost těchto zrn. Také nám ukázaly, že pro lepší zvýraznění, bychom museli opět zvýšit dobu austenitizace, nebo i teplotu. V takovémto případě bychom ale museli brát v úvahu zhrubnutí zrn. Další zvyšování času, či manipulace s teplotou stupňovitého chladnutí by dle nás sama o sobě nepřineslo lepší výsledky.

Na dalších vzorcích bylo demonstrováno i leptání hranic zrn austenitických ocelí a dále leptání po běžném tepelném, či termomechanickém zpracování. Výsledky byly pozitivní, hranice zrn byly velmi dobře patrné.

Tato bakalářská práce by společně s normami mohla sloužit jako opora pro praxi a další experimenty s optimalizací tepelného zpracování s cílem zviditelnění PAZ. Není možné, v rámci bakalářské práce demonstrovat všechny metody na všech možných druzích ocelí. Naše experimenty s oceli 12050 a 14209 však mohou sloužit jako vodítko, pro zviditelňování PAZ u nad/podeutektoidních ocelí metodou proeutektoidního feritu a metodou stupňovitého kalení.

Seznam použitých zdrojů

- [1] Ptáček L. *Nauka o materiálu II*. Vydání druhé, Brno: Akademické nakladatelství CERM, s.r.o. ISBN 80-7204-248-3
- [2] Pokluda J. - Kroupa F. - Odbřžálek L. *Mechanické vlastnosti a struktura pevných Látek*. Vydání první, Brno: Vysoké učení technické v Brně, PC-DIR spol. s.r.o. - Nakladatelství, 1994. ISBN 80-214-0575-9
- [3] Pluhař J. - Puškár A. - Koutský J. - Macek K. - Beneš V. *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu*. Bratislava: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1987. Typové číslo L14-C3-IV-31f/47894
- [4] Li X. - Wu P. - Yang R. - Zhao S. - Zhang S. - Chen S. - Cao X. - Wang X. *Nb segregation at prior austenite grain boundaries and defects in highstrength low alloy steel during cooling*. Materials & Design, 2017, Vol.115, pp.165-169 [Recenzovaný časopis]. ISSN 0264-1275
- [5] Zhao H. - Wynne B.P. - Palmiere E.J. *Effect of austenite grain size on the bainitic ferrite morphology and grain refinement of a pipeline steel after continuous cooling*. Materials Characterization, 2017, Vol.123, pp.128-136 [Recenzovaný časopis]. ISSN 1044-5803
- [6] ČSN EN ISO 643. *Ocel - Mikrografické stanovení velikosti zrn*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2013.
- [7] Voort G.V. *Microstructure of ferrous alloys*. 2011. Dostupné z <https://vacaero.com/information-resources/metallography-with-george-vander-voort/894-microstructure-of-ferrous-alloys.html>
- [8] Voort G.V. *Metallographic imaging modes*. 2015. Dostupné z <https://vacaero.com/information-resources/metallography-with-george-vander-voort/1432-metallographic-imaging-modes.html>
- [9] Voort G.V. *Revealing Prior-Austenite Grain Boundaries*. 2014. Dostupné z <https://vacaero.com/information-resources/metallography-with-george-vander-voort/1405-revealing-prior-austenite-grain-boundaries.html>
- [10] <http://www.steelforge.com/> [online], poslední aktualizace 19.5 2017 [vid. 19-5-2017]. Dostupné z <http://www.steelforge.com/4340-alloy-steel/>
- [11] Voort G. V. *Revealing prior-austenite grain boundaries in heat-treated steels*. Industrial Heating, 2010, Vol.78(4), pp.48-52. ISSN 00198374
- [12] Lawrence S. *Delineating Prior Austenite Grain Boundaries in Steels*. Microscopy and Microanalysis, 2004, Vol.10(2), pp.750-751 [Recenzovaný časopis]. ISSN 14319276
- [13] ČSN 42 0462 ZMĚNA Z2. *Zkoušení kovů - Stanovení velikosti zrna ocelí a neželezných kovů*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2014.

- [14] <http://www.steelforge.com/> [online], poslední aktualizace 19.5 2017 [vid. 19-5-2017]. Dostupné z <http://www.steelforge.com/alloy-steel-9310/>
- [15] <http://www.steelforge.com/> [online], poslední aktualizace 19.5 2017 [vid. 19-5-2017]. Dostupné z <http://www.steelforge.com/waspalloy/>
- [16] ČSN 42 0463 ST SEV 4037-83. *Ocel - Stanovení velikosti austenitického zrna na lomu*. Praha: Vydavatelství úřadu pro normalizaci a měření, 1984.
- [17] ASTM E112-96. *Standard test methods for determining average grain size*. ASTM International, 2004.
- [18] Ptáček L. *Nauka o materiálu I*. Vydání druhé, Brno: Akademické nakladatelství CERM, s.r.o. ISBN 80-7204-283-1
- [19] Bramfitt B. L. - Benschoter A. O. *Metallographer's guide: Practice and Procedures for Irons and Steels*. ASM International, 2002. ISBN 978-0-87170-748-2
- [20] Metallographic Specimen Etching [online], poslední aktualizace 29.6 2016 [vid. 12-5-2017]. Dostupné z <http://www.metallographic.com/Etchants/Etchants.htm>
- [21] Aerospace Metals [online], poslední aktualizace 19.5 2017 [vid. 19-5-2017]. Dostupné z <http://asm.matweb.com/search/SpecificMaterial.asp?bassnum=MQ316A>
- [22] ČSN EN ISO 683-17. *Oceli pro tepelné zpracování, oceli legované a oceli automatové - Část 17: Oceli na valivá ložiska*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2015.

Termíny a definice

Zrno - Uzavřený polygonální útvar s více či méně zakřivenými stranami, který může být zviditelněn na rovinném výbrusu zkušebního vzorku. [18]

Feritické zrno - Krystal s prostorově středěnou kubickou strukturou, která nikdy neobsahuje žíhací dvojčata. [1]

Austenitické zrno - Krystal s plošně středěnou kubickou strukturou, která může a nemusí obsahovat žíhací dvojčata. [1]

Cementit - Karbid železa (Fe_3C) s ortorombickou krystalovou strukturou. [1]

Perlit - Lamelární nebo globulární eutektoid skládající se z feritu a cementitu. [1]

Proeutektoidní ferit - Ferit vyloučený po hranicích austenitických zrn během chladnutí v oblasti mezi teplotami A_1 a A_3 v diagramu $Fe - Fe_3C$ (u podeutektoidních ocelí). [1]

Proeutektoidní cementit/sekundární cementit - Cementit vyloučený po hranicích austenitických zrn během chladnutí v oblasti mezi teplotami A_1 a A_{cm} v diagramu $Fe - Fe_3C$ (u nadeutektoidních ocelí). [1]

Leptací činidla

Nital - Roztok kyseliny dusičné v ethanolu. Většinou se používá v koncentraci mezi 2-10%.

Glyceria - Anglický termín pro směs glycerinu s lučavkou královskou. Roztok je tvořen 45 ml glycerinu, 15 ml kyseliny dusičné a 30 ml kyseliny chlorovodíkové. [6]

Kallingovo činidlo - Leptadlo skládající se z 33 ml kyseliny chlorovodíkové, 33 ml ethanolu, 1,5 g chloridu měďnatého a 33 ml vody. Směs se používá i bez přidané vody. Ani v jednom případě by toto leptadlo nemělo reagovat s karbidy. [19]

Marblovo činidlo - Skládá se z 10 g síranu měďnatého, 50 ml kyseliny chlorovodíkové a 50 ml vody. Používá se pro leptání nerezových ocelí ale i niklových slitin. Pro zvýšení aktivity se může přidat i kyselina sírová. [20]

Bechet-Beaujardovo činidlo - nasycený vodný roztok kyseliny pikrové a vhodné smačecí činidlo (např. alkyl sulfonát sodný). [6]

Vilellaovo činidlo - Skládá se z 1 g kyseliny pikrové, 5 ml kyseliny chlorovodíkové a 100 ml ethanolu. [6]

Le Chatelierovo a Igewskieho činidlo - Skládá se z 2 g kyseliny pikrové, 25 g hydroxidu sodného a 100 ml vody. [6]

Villela-Bain – Kyselina pikrová 0,6%; kyselina chlorovodíková 5,0%; ethanol 94,4%

Použité zkratky

PAZ - původní austenitické zrno

TMZP - termomechanické zpracování

EBSD - elektronová zpětná rozptylová difrakce (electron backscatter diffraction)

DIC - diferenciální interferenční kontrast